医 薬 品 各 条

亜鉛華デンプン

Zinc Oxide Starch Powder

酸化亜鉛デンプン

製　法

酸 化 亜 鉛	500 g
デ ン プ ン	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末である．

確認試験

（1）　本品 1 g をるつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（2）　本品 1 g に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ紙上の残留物に水 10 mL を加えて煮沸し，放冷した後，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する（デンプン）．

貯 法 容　　器　密閉容器．

亜鉛華軟膏

Zinc Oxide Ointment

酸化亜鉛軟膏

本品は定量するとき，酸化亜鉛（ZnO：81.41）18.5 ～ 21.5 % を含む．

製　法

酸 化 亜 鉛	200 g
流動パラフィン	30 g
白 色 軟 膏	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験　本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

純度試験　カルシウム，マグネシウム及びその他の異物　本品 2.0 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，希塩酸 6 mL を加え，水浴上で 5 ～ 10 分間加熱するとき，液は無色澄明である．この液をろ過し，ろ液に水 10 mL を加え，次に初め生じた沈殿が消失するまでアンモニア試液を加える．更にシュウ酸アンモニウム試液及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，液は変化しないか，又は 5 分間以内に混濁することがあってもわずかである．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，るつぼに入れ，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水 1 mL 及び塩酸 1.5 mL を加えて溶かした後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

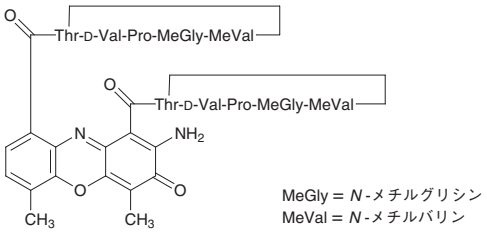
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 4.071 mg ZnO

貯 法 容　　器　気密容器．

アクチノマイシン D

Actinomycin D

ダクチノマイシン



$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$：1255.42

［*50-76-0*］

本品は，*Streptomyces parvulus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するペプチド系の化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 950 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アクチノマイシン D（$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品はだいだい赤色～赤色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアクチノマイシン D 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びアクチノマイシン D 標準品 0.1 g ずつをアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/メタノール混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：－292 ～ －317°（乾燥後，10 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びアクチノマイシン D 標準品を乾燥し，その約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアクチノマイシン D のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アクチノマイシン D（$C_{62}H_{86}N_{12}O_{16}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アクチノマイシン D 標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液（25：23）

流量：アクチノマイシン D の保持時間が約 23 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクチノマイシン D のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アクチノマイシン D のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

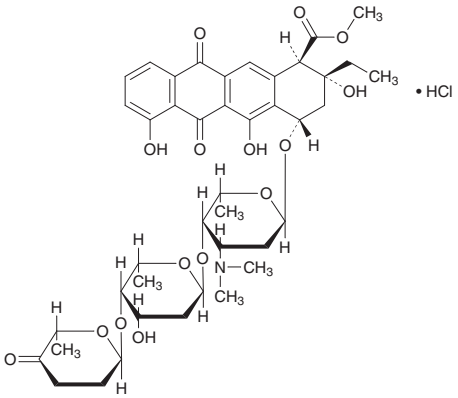
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アクラルビシン塩酸塩

Aclarubicin Hydrochloride

塩酸アクラルビシン



$C_{42}H_{53}NO_{15}$・HCl：848.33

Methyl（1*R*,2*R*,4*S*)-4-{2,6-dideoxy-4-*O*-[(2*R*,6*S*)-6-methyl-5-oxo-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,3,6-trideoxy-3-dimethylamino-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy}-2-ethyl-2,5,7-trihydroxy-6,11-dioxo-1,2,3,4-tetrahydrotetracene-1-carboxylate monohydrochloride ［*75443-99-0*］

本品は，*Streptomyces galilaeus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アクラルビシン（$C_{42}H_{53}NO_{15}$：811.87）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は黄色～微だいだい黄色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の薄めたメタノール(4 → 5)溶液(3 → 100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：－146 ～ －162°（脱水物に換算したもの 50 mg，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～微だいだい黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 0.6 のアクラビノンは 0.2 % 以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 0.75 のアクラシノマイシン L1 は 0.5 % 以下，アクラルビシンに対する相対保持時間が約 1.7 の 1-デオキシピロマイシンは 1.5 % 以下，及びアクラルビシンに対する相対保持時間が約 2.3 のアクラシノマイシン S1 は 0.5 % 以下である．また，アクラルビシン及び上記の物質のピーク以外のピークの合計面積はアクラルビシンのピーク面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：436 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：クロロホルム/メタノール/酢酸（100）/水/トリエチルアミン混液（6800：2000：1000：200：1）

流量：アクラルビシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクラルビシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験溶液とする．システム適合性試験溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たアクラルビシンのピーク面積がシステム適合性試験溶液のアクラルビシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，60 分放置する．この液 1.0 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液 1.0 mL 及びクロロホルム 1.0 mL を加えて激しくかき混ぜた後，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクラルビシン，1-デオキシピロマイシンの順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アクラルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 3.5 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（4 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアクラルビシン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸（1 → 250）0.6 mL 及び薄めたメタノール（4 → 5）を加えて溶かした後，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 433 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アクラルビシン（$C_{42}H_{53}NO_{15}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アクラルビシン標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法

保存条件　遮光して 5 ℃ 以下で保存する．

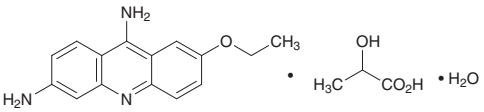
容　　器　気密容器．

アクリノール水和物

Acrinol Hydrate

アクリノール

乳酸エタクリジン



$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3 \cdot H_2O$：361.39

2-Ethoxy-6,9-diaminoacridine monolactate monohydrate

［*1837-57-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アクリノール（$C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$：348.38）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品 1 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，室温で約 10 分間放置した後，ろ過するとき，ろ液は乳酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 80 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ 30 分間放置した後，ろ過し，ろ液 40 mL をとり，希硝酸 7 mL

及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 4 mL，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.026 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 揮発性脂肪酸 本品 0.5 g に水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を加温するとき，揮発性脂肪酸のにおいを発しない．

（4） 類縁物質 本品 10 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液を標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアクリノール以外のピーク面積は，標準溶液（2）のアクリノールのピーク面積の 3 倍より大きくない．また，試料溶液のアクリノール以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）のアクリノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 7.8 g を水 900 mL に溶かし，リン酸で pH を 2.8 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 700 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL を加えた液に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を溶解する．

流量：アクリノールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアクリノールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液（2）10 μL から得たアクリノールのピーク面積が，標準溶液（1）のアクリノールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アクリノールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アクリノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水 分〈2.48〉 4.5 ～ 5.5 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.27 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）60 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 34.34 mg $C_{15}H_{15}N_3O \cdot C_3H_6O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アクリノール・亜鉛華軟膏

Acrinol and Zinc Oxide Ointment

アクリノール酸化亜鉛軟膏

製 法

アクリノール，微末	10 g
亜鉛華軟膏	990 g
全 量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は黄色である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 5 mL，希塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，水層は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 0.5 g を強熱して灰化し，残留物を希塩酸 5 mL に溶かした液は亜鉛塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.5 g にジエチルエーテル 5 mL，酢酸（100）1 mL 及び水 5 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg を酢酸（100）1 mL 及び水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/エタノール（95）/酢酸（100）混液（40：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アクリノール・チンク油

Acrinol and Zinc Oxide Oil

製 法

アクリノール，微末	10 g
チンク油	990 g
全 量	1000 g

以上をとり，研和して製する．

性 状 本品は黄白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の

一部を分離する．

確認試験

（1） 本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL，酢酸（100）2 mL 及び水 10 mL を加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3） 本品 0.2 g にエタノール（95）20 mL 及び酢酸（100）1 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg をエタノール（95）50 mL 及び酢酸（100）2.5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

複方アクリノール・チンク油

Compound Acrinol and Zinc Oxide Oil

製　法

アクリノール，微末	10 g
チンク油	650 g
アミノ安息香酸エチル，細末	50 g
サラシミツロウ	20 g
親水ワセリン	270 g
全　　量	1000 g

以上をとり，研和して製する．

性　状　本品は淡黄色～黄色である．長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（1） 本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL，酢酸（100）2 mL 及び水 10 mL を加えてよく振り混ぜ，水層を分取する．これに塩酸 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜ，放置するとき，液は暗赤色を呈する（アクリノール）．

（2） 本品 1 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3） 本品 0.2 g にエタノール（95）20 mL 及び酢酸（100）1 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアクリノール 5 mg 及びアミノ安息香酸エチル 25 mg をそれぞれエタノール（95）50 mL 及び酢酸（100）2.5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液（1）から得たスポットは青色の蛍光を発し，それらの R_f 値は等しい．また，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液（2）から得たスポットは，紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

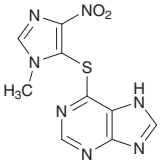
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アザチオプリン

Azathioprine



$C_9H_7N_7O_2S$：277.26

6-(1-Methyl-4-nitro-1*H*-imidazol-5-ylthio)purine

[*446-86-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL に希塩酸 1 mL 及び亜鉛粉末 0.01 g を加え，5 分間放置するとき，液は黄色を呈する．この液をろ過して得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 1 mL にリンタングステン酸試液 0.5 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は硫酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

（4） 本品 0.01 g を 2 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアザチオプリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜ，毎分 10000 回転で 5 分間遠心分離した後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 40 mL にメチルレッド試液 2 滴を加え，試料溶液とする．

（i） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（ii） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（3） 硫酸塩〈1.14〉（2）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 10 mg に移動相 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアザチオプリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアザチオプリンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：296 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液溶液（1 → 2）に薄めたリン酸（3 → 2000）を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：アザチオプリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアザチオプリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たアザチオプリンのピーク面積が，標準溶液のアザチオプリンの面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg に水 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 2 mL をとり，別に安息香酸 0.06 g をメタノール 3 mL に溶かし，水を加えて 10 mL とした液 2 mL を加えた後，移動相を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アザチオプリン，安息香酸の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アザチオプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 27.73 mg $C_9H_7N_7O_2S$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

アザチオプリン錠

Azathioprine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するアザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$：277.26）を含む．

製 法 本品は「アザチオプリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.01 g に対応する量をとり，水 50 mL を加え，加温してよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL につき，「アザチオプリン」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のろ液 1 mL につき，「アザチオプリン」の確認試験（2）を準用する．

（3） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

（4） 本品を粉末とし，表示量に従い「アザチオプリン」0.1 g に対応する量をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品 0.1 g をアンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10

mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）/ギ酸 *n*-ブチル/1,2-ジクロロエタン混液（15：10：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアザチオプリン標準品を 105 ℃ で 5 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アザチオプリン（$C_9H_7N_7O_2S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アザチオプリン標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

亜酸化窒素
Nitrous Oxide

N_2O：44.01

本品は定量するとき，亜酸化窒素（N_2O）97.0 vol % 以上を含む．

性 状 本品は室温，大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で，水 1.5 mL 又はエタノール（95）0.4 mL に溶け，ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.96 g である．

確認試験
（1） 本品に木片の燃えさしを入れるとき，木片は直ちに燃える．
（2） 本品及び亜酸化窒素 1 mL ずつを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，定量法の操作条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，本品から得た主ピークの保持時間は，亜酸化窒素の保持時間に一致する．

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で，気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．
（1） 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びブロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え，5 分間煮沸する．その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A，B 及び C に入れる．更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を，B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え，密栓して冷却する．次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき，液の色は B 管中の液のだいだい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない．
（2） 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える．

（3） 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり，これに酢酸（100）1 滴ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 2000 mL を（1）と同様の方法で 30 分間で通じるとき，A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである．
（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL ずつを加え，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の色は B 液の色と同じである．
（5） 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁は B 液の混濁と同じである．
（6） 一酸化炭素 本品 5.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，一酸化炭素の流出位置にピークを認めない．

操作条件
検出器：熱伝導度型検出器
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．
カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：水素又はヘリウム
流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する．
カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL

及び空気 0.1 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて 100 mL とし，よく混合する．その 5.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，一酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する．

定 量 法　本品の採取は純度試験を準用する．

本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，空気のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求める．

亜酸化窒素（N_2O）の量（vol%）= 100 − 3 × (A_T / A_S)

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，窒素，本品の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を 5 回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

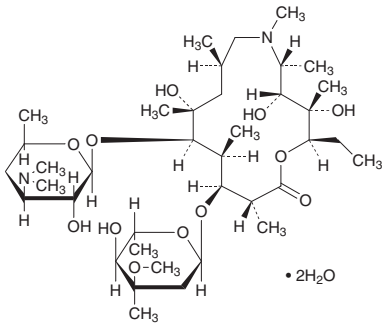
保存条件　40 ℃ 以下で保存する．

容　　器　耐圧金属製密封容器．

アジスロマイシン水和物

Azithromycin Hydrate

アジスロマイシン



$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$・$2H_2O$：785.02

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,11*R*,12*R*,13*S*,14*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-10-aza-6,12,13-trihydroxy-2,4,6,8,10,11,13-heptamethylhexadecan-14-olide dihydrate

［*117772-70-0*］

本品はエリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 945 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アジスロマイシン（$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$：748.98）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアジスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：−45 ～ −49°（脱水物に換算したもの 0.4 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈2.48〉　4.0 ～ 5.0 %（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びアジスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル/水混液（3：2）に溶かし，内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えた後，アセトニトリル/水混液（3：2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アジスロマイシン（$C_{38}H_{72}N_2O_{12}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アジスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4,4′-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノンのアセトニトリル溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸一水素カリウム 6.97 g を水 750 mL に溶かし，水酸化カリウム試液を加えて pH を 11.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 400 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 600 mL を加える．

流量：アジスロマイシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

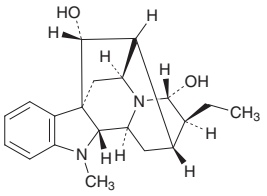
システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アジスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアジスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アジマリン
Ajmaline



$C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43
(17*R*,21*R*)-Ajmalan-17,21-diol　［*4360-12-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 195 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL に硝酸 3 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）（1）の試料溶液をろ紙上にスポットし，ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，スポットはだいだい色を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（249 nm）：257 ～ 271（乾燥後，2 mg，エタノール（95），100 mL）．

$E^{1\%}_{1cm}$（292 nm）：85 ～ 95（乾燥後，2 mg，エタノール（95），100 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：＋136 ～ ＋151°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，50 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ジエチルアミン混液（5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.6 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用アセトン 50 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.32 mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

アジマリン錠
Ajmaline Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するアジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$：326.43）を含む．

製　法　本品は「アジマリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アジマリン」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アジマリン」の確認試験を準用する．

（2）（1）の残留物 0.01 g をエタノール（95）100 mL に溶かす．この液 10 mL にエタノール（95）を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 247 ～ 251 nm 及び 291 ～ 294 nm に吸収の極大を示し，269 ～ 273 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を

用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用アジマリンを 80 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 288 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用アジマリンの秤取量（mg）
C：1 錠中のアジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アジマリン（$C_{20}H_{26}N_2O_2$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，アンモニア水（28）15 mL を加え，クロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．容器及び残留物をクロロホルム 10 mL ずつで 2 回洗い，ろ過する．全ろ液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用アセトン 50 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.32 mg $C_{20}H_{26}N_2O_2$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

亜硝酸アミル
Amyl Nitrite

$C_5H_{11}NO_2$：117.15

本品は 3-メチル-1-ブタノールの亜硝酸エステルで，少量の 2-メチル-1-ブタノール及び他の同族体の亜硝酸エステルを含む．

本品は定量するとき，亜硝酸アミル（$C_5H_{11}NO_2$ として）90.0 % 以上を含む．

性 状 本品は淡黄色澄明の液で，特異な果実ようのにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は光又は熱によって変化する．

本品は常温で揮散しやすく，低温でも引火しやすい．

沸点：約 97 ℃

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d_{20}^{20}：0.871 ～ 0.880

純度試験

（1） 酸 本品 5 mL を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴の混液に加えて振り混ぜ，1 分間放置するとき，水層の淡赤色は消えない．

（2） 水分 本品 2.0 mL をとり，氷水中で 5 分間放置するとき，混濁しない．

（3） アルデヒド 硝酸銀試液/無アルデヒドエタノール混液（1：1）3 mL に初めに生じた沈殿が消えるまでアンモニア試液を滴加する．この液に本品 1.0 mL を加えて 60 ～ 70 ℃ で 1 分間加温するとき，液は褐色～黒色を呈しない．

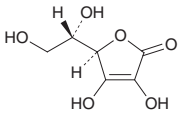
（4） 蒸発残留物 本品 10.0 mL を水浴上で引火に注意してドラフト内で蒸発し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定 量 法 メスフラスコにエタノール（95）10 mL を入れて，質量を精密に量り，これに本品約 0.5 g を加え，再び精密に量る．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，更に塩素酸カリウム溶液（1 → 20）15 mL 及び希硝酸 10 mL を加え，直ちに密栓して 5 分間激しく振り混ぜる．これに水を加えて正確に 100 mL とし，振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 35.14 mg $C_5H_{11}NO_2$

貯 法
保存条件 遮光して，火気を避け，冷所に保存する．
容 器 内容 10 mL 以下の密封容器．

アスコルビン酸
Ascorbic Acid
ビタミン C



$C_6H_8O_6$：176.12
L-*threo*-Hex-2-enono-1,4-lactone ［*50-81-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL ずつをとり，過マンガン酸カリウム試液 1 滴を滴加するとき，また，2,6-ジク

ロロインドフェノールナトリウム試液 1 ～ 2 滴を滴加するとき，いずれも試液の色は直ちに消える．

（2） 本品 0.1 g をメタリン酸溶液（1 → 50）100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を加えた後，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 1000）1 滴及びピロール 1 滴を加え，50 ℃ で 5 分間加温するとき，液は青色を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋20.5 ～ ＋21.5°（2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.2 ～ 2.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，メタリン酸溶液（1 → 50）50 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 8.806 mg $C_6H_8O_6$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アスコルビン酸散

Ascorbic Acid Powder

ビタミン C 散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 120 % に対応する L−アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$：176.12）を含む．

製 法 本品は「アスコルビン酸」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5 g に対応する量をとり，水 30 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL ずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.01 g に対応する量をとり，メタリン酸溶液（1 → 50）10 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL につき，「アスコルビン酸」の確認試験（2）を準用する．

純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定 量 法 本品の L−アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液で繰り返し抽出し，全抽出液を合わせてろ過し，メタリン酸・酢酸試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更にメタリン酸・酢酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液が 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1 mL ＝ A mg $C_6H_8O_6$

ただし，A は次の滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製 炭酸水素ナトリウム 42 mg を水 50 mL に溶かし，更に 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.05 g を溶かし，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．用時製する．

標定 アスコルビン酸標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，その 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜ，滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液で 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液 1 mL に対応する L−アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）の量 A mg を計算する．

貯 法 容 器 気密容器．

アスコルビン酸注射液

Ascorbic Acid Injection

ビタミン C 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応する L−アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$：176.12）を含む．

製 法 本品は「アスコルビン酸」をとり，ナトリウム塩とし，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」0.5 g に対応する容量をとり，水を加えて 25 mL とし，この液 5 mL ずつをとり，「アスコルビン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アスコルビン酸」5 mg に対応する容量をとり，メタリン酸溶液（1 → 50）を加えて 5 mL とし，「アスコルビン酸」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 5.6 ～ 7.4

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の L−アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）約 0.1 g に対応する容量を，必要ならばメタリン酸・酢酸試液で薄めた後，正確に量り，メタリン酸・酢酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，滴定用 2,6−ジクロロインドフェノールナトリウム試液で液

が 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1 mL = A mg $C_6H_8O_6$

ただし，A は次の滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液の標定によって定める．

滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液

調製　炭酸水素ナトリウム 42 mg を水 50 mL に溶かし，更に 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.05 g を溶かし，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．用時製する．

標定　アスコルビン酸標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタリン酸・酢酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，その 2 mL を正確に量り，メタリン酸・酢酸試液 8 mL 及び過酸化水素試液 2 mL を加えて振り混ぜ，滴定用 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液で 5 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正し，この試液 1 mL に対応する L-アスコルビン酸（$C_6H_8O_6$）の量 A mg を計算する．

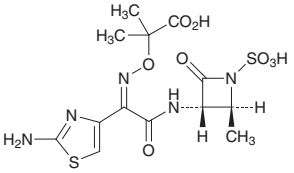
貯　法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　密封容器．

アズトレオナム

Aztreonam



$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$：435.43

2-{(Z)-(2-Aminothiazol-4-yl)-[(2S,3S)-2-methyl-4-oxo-1-sulfoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}-2-methyl-1-propanoic acid　[*78110-38-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アズトレオナム（$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアズトレオナム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル用重水素化ジメチルスルホキシドに混在する軽水素体を内部基準物質とし，その化学シフトを 2.50 ppm として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に多重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 9：1 である．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：－26 ～ －32°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.2 ～ 2.8 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.1 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.04 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアズトレオナム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアズトレオナムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアズトレオナム以外のピークの合計面積は標準溶液のアズトレオナムのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアズトレオナムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，この液 25 μL から得たアズトレオナムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアズトレオナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：定量法で得た標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アズトレオナムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アズトレオナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びアズトレオナム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水 70 mL に溶かし，

内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアストレオナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アストレオナム（$C_{13}H_{17}N_5O_8S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

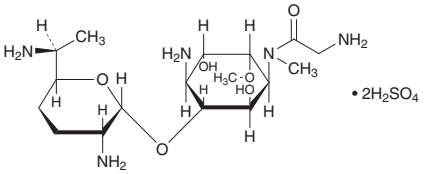
W_S：アストレオナム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4-アミノ安息香酸溶液（1 → 6250）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.7 g を水 300 mL に溶かし，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液で pH を 3.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える．
流量：アストレオナムの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アストレオナムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアストレオナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

アストロマイシン硫酸塩

Astromicin Sulfate
硫酸アストロマイシン



$C_{17}H_{35}N_5O_6 \cdot 2H_2SO_4$：601.65
2,6-Diamino-2,3,4,6,7-pentadeoxy-β-L-*lyxo*-heptopyranosyl-(1→3)-4-amino-1-(2-aminoacetyl-*N*-methylamino)-1,4-dideoxy-6-*O*-methyl-1L-*chiro*-inositol disulfate
［*72275-67-3*］

本品は，*Micromonospora olivasterospora* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 610 ～ 680 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アストロマイシン（$C_{17}H_{35}N_5O_6$：405.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，エチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品及びアストロマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 10 mL に溶かす．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たアストロマイシンのピークの保持時間は標準溶液から得たアストロマイシンのピークの保持時間と等しい．
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，反応コイル温度，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応液流量は純度試験（3）の試験条件を準用する．
（2）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を加えても沈殿は溶けない．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+90 ～ +110°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，アストロマイシンのピークに対する相対保持時間約 0.1 の類縁物質Ⅲ及び相対保持時間約 1.2 の類縁物質Ⅰのピーク面積は標準溶液のアストロマイシンのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約 0.8 の類縁物質Ⅱのピーク面積は標準溶液のアストロマイシンのピーク面積の 2.0 倍より大きくない．また，アストロマイシンのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のアストロマイシンのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：340 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 150 cm のステンレス管

反応コイル温度：50 ℃

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 1000）25 mL 及び酢酸（100）1 mL を無水硫酸ナトリウム溶液（71 → 2000）800 mL に溶かし，水を加えて 1000 mL とする．

反応試薬：水酸化カリウム 11.2 g，ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル 0.458 g，*o*-フタルアルデヒド 0.300 g 及び 2-メルカプトエタノール 1 mL をホウ酸溶液（31 → 1000）400 mL に溶かし，水を加えて 500 mL とする．

反応温度：50 ℃

移動相流量：毎分 0.7 mL

反応液流量：毎分 0.2 mL

面積測定範囲：アストロマイシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を量り，水を加えて 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たアストロマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のアストロマイシンのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 5 mL 及び L-バリン溶液（1 → 5000）2 mL をとり，水 100 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，L-バリン，アストロマイシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アストロマイシンのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アストロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

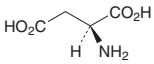
（iii） 標準溶液　アストロマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸（1 → 1000）に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

L-アスパラギン酸

L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$：133.10

(2*S*)-2-Aminobutanedioic Acid

[*56-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アスパラギン酸（$C_4H_7NO_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+24.0 ～ +26.0°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.4 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 2.5 ～ 3.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶

かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，希硝酸 6 mL 及び水 20 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，希塩酸 5 mL 及び水 30 mL に溶かし，水を加えて 45 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） 鉄〈1.10〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.20 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール/酢酸（100）混液（97：3）溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水 50 mL に加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

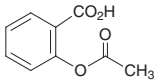
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 13.31 mg $C_4H_7NO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

アスピリン

Aspirin

アセチルサリチル酸



$C_9H_8O_4$：180.16

2-Acetoxybenzoic acid ［50-78-2］

本品を乾燥したものは定量するとき，アスピリン（$C_9H_8O_4$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶，粒又は粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は湿った空気中で徐々に加水分解してサリチル酸及び酢酸になる．

融点：約 136 ℃（あらかじめ浴液を 130 ℃ に加熱しておく）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて 5 ～ 6 分間煮沸し，冷後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，希硫酸 10 mL を加えるとき，酢酸のにおいを発し，白色の沈殿を生じる．また，この沈殿をろ過して除き，ろ液にエタノール（95）3 mL 及び硫酸 3 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を温炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） サリチル酸 本品 2.5 g をエタノール（95）に溶かし 25 mL とし，この 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：サリチル酸 0.100 g を水に溶かし，酢酸（100）1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液 1.0 mL をとり，新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL にエタノール（95）1 mL 及び水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，30 秒間放置する．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 1.8 g に水 75 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 75 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.015 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉（3）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.040 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 2.5 g をアセトン 30 mL に溶

かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は比較液 Q より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（3 g，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

アスピリン錠

Aspirin Tablets

アセチルサリチル酸錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するアスピリン（$C_9H_8O_4$：180.16）を含む．

製 法 本品は「アスピリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて 5 ～ 6 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」0.5 g に対応する量をとり，温エタノール（95）10 mL ずつで振り混ぜて 2 回抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，以下「アスピリン」の確認試験（2）を準用する．

純度試験 サリチル酸 本品を粉末とし，表示量に従い「アスピリン」1.0 g に対応する量をとり，エタノール（95）15 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 1.0 mL をとり新たに製した希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え，以下「アスピリン」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アスピリン（$C_9H_8O_4$）約 1.5 g に対応する量を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，以下「アスピリン」の定量法を準用する．

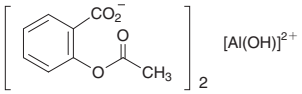
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 45.04 mg $C_9H_8O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

アスピリンアルミニウム

Aspirin Aluminum

アセチルサリチル酸アルミニウム



$C_{18}H_{15}AlO_9$：402.29

Bis(2-acetoxybenzoato)hydroxoaluminium ［*23413-80-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アスピリン（$C_9H_8O_4$：180.16）83.0 ～ 90.0 % 及びアルミニウム（Al：26.98）6.0 ～ 7.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に分解しながら溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，必要ならば加温して溶かす．この液 2 mL に塩酸を加えて中性とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 定量法（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 279 nm に吸収の極大を示す．

（3） 本品 2 g を白金るつぼにとり，炭化するまで強熱し，残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加えて 20 分間強熱する．冷後，残留物に希塩酸 15 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．このろ液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） サリチル酸塩 定量法（1）で得た A_{T2} と A_{S2} から次の式によって，サリチル酸塩〔サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）として〕の量を求めるとき，その量は換算した脱水物に対し 7.5 % 以下である．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{T2} / A_{S2}) \times (1 / 4)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生し，更に白煙がなくなるまで弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．灰化が不十分のときには，更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，同様に弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，以下第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 15 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，赤

色が消えるまでかき混ぜながら塩酸を滴加する．更に塩酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間冷却し，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，残留物を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL で 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1） アスピリン　本品約 0.1 g を精密に量り，フッ化ナトリウム試液 40 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，更に時々振り混ぜ，10 分間放置する．次にクロロホルム 20 mL ずつで 6 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，更にクロロホルムを加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．またアスピリン標準品をデシケーター（シリカゲル）で 5 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1）の波長 278 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1}，並びに 308 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．また標準溶液（2）の波長 278 nm における吸光度 A_{S3} を測定する．

アスピリン（$C_9H_8O_4$）の量（mg）

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T1} - \dfrac{A_{T2} \times A_{S1}}{A_{S2}}}{A_{S3}} \right]$$

W_S：アスピリン標準品の秤取量（mg）

（2） アルミニウム　本品約 0.4 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を滴加して pH を約 1 とし，更に pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL 及び Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え，煮沸しながら，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり，1 分間以上持続したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

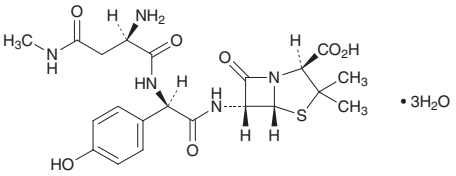
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

貯 法 容　器　密閉容器．

アスポキシシリン水和物

Aspoxicillin Hydrate

アスポキシシリン



$C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$：547.58

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(2*R*)-2-Amino-3-methylcarbamoylpropanoylamino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate　[*63358-49-6*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アスポキシシリン（$C_{21}H_{27}N_5O_7S$：493.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 4000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアスポキシシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+170 ～ +185°（脱水物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.05 g を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶

液のアスポキシシリン以外の各々のピークの面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アスポキシシリンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアスポキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アスポキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉 9.5 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアスポキシシリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水適量に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え，アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アスポキシシリン（$C_{21}H_{27}N_5O_7S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アスポキシシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 130 mL に pH 3.0 のリン酸二水素カリウム試液を加えて 1000 mL とする．

流量：アスポキシシリンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

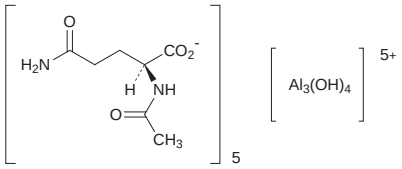
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスポキシシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

アセグルタミドアルミニウム

Aceglutamide Aluminum



$C_{35}H_{59}Al_3N_{10}O_{24}$：1084.84

Pentakis［(2*S*)-2-acetylamino-4-carbamoylbutanoato］tetrahydroxotrialuminium

［*12607-92-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセグルタミド（$C_7H_{12}N_2O_4$：188.18）85.4 ～ 87.6 % 及びアルミニウム（Al：26.98）7.0 ～ 8.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，収れん性の苦味を有する．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品及びアセグルタミド標準品 0.03 g を量り，それぞれを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/水/酢酸（100）混液（16：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．薄層板にブロモクレゾールグリンのエタノール（95）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧し，更に薄めたアンモニア水（28）（1 → 100）を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは淡黄色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）本品の希塩酸溶液（1 → 20）はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−5.5 ～ −7.5°（乾燥物に換算したもの 2 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を磁製るつぼにとり，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときは，更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え，同様に弱く加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 2-アセトアミドグルタルイミド 10 mg を移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の 2-アセトアミドグルタルイミドのピーク面積は標準溶液（2）の 2-アセトアミドグルタルイミドのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び 2-アセトアミドグルタルイミド以外の各々のピーク面積は標準溶液（1）のアセグルタミドのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のアセグルタミド及び 2-アセトアミドグルタルイミド以外のピークの合計面積は標準溶液（1）のアセグルタミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は，定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アセグルタミドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法（1）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，この液 20 μL から得たアセグルタミドのピーク面積が標準溶液の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液（1）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセグルタミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，130 ℃，5 時間）．

定 量 法

（1）アセグルタミド　本品約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にアセグルタミド標準品約 45 mg を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アセグルタミド（$C_7H_{12}N_2O_4$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アセグルタミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　チミンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（1 → 1000）/メタノール混液（99：1）

流量：アセグルタミドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセグルタミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセグルタミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） アルミニウム　本品約 3 g を精密に量り，希塩酸 20 mL を加え，60 分間水浴上で加熱し，冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

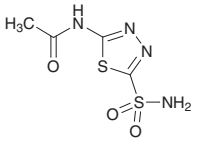
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

貯 法 容 器　気密容器．

アセタゾラミド

Acetazolamide

アセタゾールアミド



$C_4H_6N_4O_3S_2$：222.25

N-(5-Sulfamoyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)acetamide

[*59-66-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセタゾラミド（$C_4H_6N_4O_3S_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 255 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，次に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.1 g 及び硫酸銅（Ⅱ）五水和物 0.05 g を水 10 mL に溶かした液 5 mL を加えるとき，液は淡黄色を呈し，更に 5 分間加熱するとき，こ

の呈色は徐々に濃くなる．

（2） 本品 0.02 g に希塩酸 2 mL を加えて 10 分間煮沸し，冷後，水 8 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 0.2 g に粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸（1 → 2）5 mL を加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.5 g に水 75 mL を加え，時々振り混ぜながら 70 ℃ で 20 分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える．(0.014 % 以下)．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）で得たろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)．

（5） 銀還元性物質 本品 5 g を無アルデヒドエタノール 5 mL で潤した後，水 125 mL 及び硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 5 mL を正確に加え，遮光して 30 分間かき混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，ろ過器上の残留物を水 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液をろ液に合わせる．この液に硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 5 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その消費量は 4.8 mL 以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，水 400 mL を加えて水浴中で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 265 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する．

アセタゾラミド（$C_4H_6N_4O_3S_2$）の量（mg）
$= (A / 474) \times 200000$

貯 法

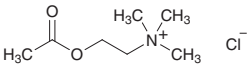
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

注射用アセチルコリン塩化物

Acetylcholine Chloride for Injection

注射用塩化アセチルコリン



$C_7H_{16}ClNO_2$：181.66

2-Acetoxy-*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium chloride

［*60-31-1*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アセチルコリン塩化物（$C_7H_{16}ClNO_2$）98.0 ～ 102.0 % 及び塩素（Cl：35.45）19.3 ～ 19.8 % を含み，表示量の 93 ～ 107 % に対応するアセチルコリン塩化物（$C_7H_{16}ClNO_2$）を含む．

製 法 本品は注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品は極めて吸湿性である．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 149 ～ 152 ℃ 本品及び融点測定用毛細管を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，直ちに融封して測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 0.10 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 1 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） アセチルコリン塩化物 本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.5 g を精密に量り，水 15 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え，ゆるく栓をし，水浴上で 30 分間加熱し，速やかに冷却し，過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 18.17$ mg $C_7H_{16}ClNO_2$

（2） 塩素 （1）の滴定終了後の液を更に 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウ

ム試液 3 滴).

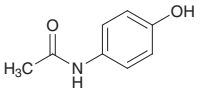
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.545 mg Cl

貯 法 容 器 密封容器.

アセトアミノフェン

Acetaminophen

パラセタモール



$C_8H_9NO_2$：151.16

N-(4-Hydroxyphenyl)acetamide ［*103-90-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトアミノフェン（$C_8H_9NO_2$）98.0 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアセトアミノフェン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融 点〈*2.60*〉 169 ～ 172 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 4.0 g に水 100 mL を加え，加熱して溶かし，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（5） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 1 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトアミノフェン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアセトアミノフェンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.7 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（4：1）

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 5 分になるように調整する.

カラムの選定：本品及び塩酸 4-アミノフェノール 0.01 g ずつをメタノール 1 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，移動相を加えて 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノフェノール，アセトアミノフェンの順に溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセトアミノフェンの保持時間の約 6 倍の範囲

検出感度：標準溶液 10 μL から得たアセトアミノフェンのピーク高さがフルスケールの約 15 % になるように調整する.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.3 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品及びアセトアミノフェン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 3 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 244 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

アセトアミノフェン（$C_8H_9NO_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アセトアミノフェン標準品の秤取量（mg）

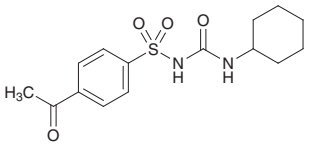
貯 法

保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

アセトヘキサミド

Acetohexamide



$C_{15}H_{20}N_2O_4S$：324.40

4-Acetyl-*N*-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

［*968-81-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセトヘキサミド（$C_{15}H_{20}N_2O_4S$）98.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末である.

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 185 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.10 g をメタノール 100 mL に溶かす．この液 5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL 及びメタノール 75 mL を加え，試料溶液（1）とする．試料溶液（1）につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，試料溶液（1）10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液（2）とする．試料溶液（2）につき，メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.5 g を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び *N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及び *N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.010 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質

（i） シクロヘキシルアミン 本品 1.0 g を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 30 mL を正確に加えて溶かし，ヘキサン 5 mL を正確に加えて 60 分間激しく振り混ぜた後，5 分間放置する．上層液をとり，試料溶液とする．別にシクロヘキシルアミン 50 mg を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 300 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，ヘキサン 5 mL を正確に加えて 60 分間激しく振り混ぜた後，5 分間放置する．上層液をとり，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロヘキシルアミンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積は，標準溶液のシクロヘキシルアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m の石英管の内面にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを厚さ 1.5 μm で被覆する．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：150 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：シクロヘキシルアミンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

スプリット比：1：1

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクロヘキシルアミンのピークの理論段数は 8000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロヘキシルアミンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

（ii） ジシクロヘキシルウレア 本品 1.0 g を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加えて溶かし，メタノール 20 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸（1 → 10）5 mL を正確に加えて 15 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液 10 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジシクロヘキシルウレア 50 mg を正確に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に薄めた塩酸（1 → 10）5 mL を正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積は，標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水酸化ナトリウム 0.5 g を 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 1000 mL に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 6.5 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．

流量：ジシクロヘキシルウレアの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件

で操作するとき，ジシクロヘキシルウレアのピークの理論段数は 10000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジシクロヘキシルウレアのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（iii） その他の類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL ずつを正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL 及び 25 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）/シクロヘキサン混液（6：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，水 10 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に水 19 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

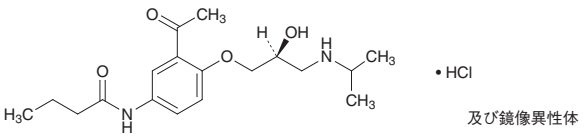
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 32.44 mg $C_{15}H_{20}N_2O_4S$

貯 法 容 器　密閉容器．

アセブトロール塩酸塩

Acebutolol Hydrochloride

塩酸アセブトロール



$C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl：372.89

N-{3-Acetyl-4-[(2*RS*)-2-hydroxy-3-(1-methylethyl)aminopropyloxy]phenyl}butanamide monohydrochloride ［*34381-68-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アセブトロール塩酸塩（$C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融　点〈2.60〉 141 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 40 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

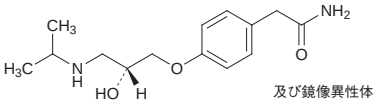
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.29 mg $C_{18}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯 法 容 器　密閉容器．

アテノロール

Atenolol



$C_{14}H_{22}N_2O_3$：266.34

2-(4-{(2*RS*)-2-Hydroxy-3-[(1-methylethyl)amino]propyloxy}phenyl)acetamide

[*29122-68-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アテノロール（$C_{14}H_{22}N_2O_3$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 25）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　152 ～ 156 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアテノロール以外のピークの面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のアテノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のアテノロールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：226 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 3.0 に調整した液 40 容量にメタノール 9 容量及びテトラヒドロフラン 1 容量を加える．この液 1000 mL に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1 g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 0.4 g を溶かす．

流量：アテノロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：アテノロールの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たアテノロールのピーク面積が，標準溶液から得たアテノロールのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アテノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アテノロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

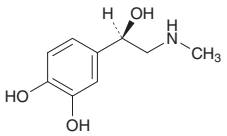
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.63 mg　$C_{14}H_{22}N_2O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

アドレナリン

Adrenaline

エピネフリン



$C_9H_{13}NO_3$：183.20

(1*R*)-1-(3,4-Dihydroxyphenyl)-2-(methylamino)ethanol

[*51-43-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を薄めた酢酸（31）（1 → 500）10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2）（1）の試料溶液 1 mL ずつを試験管 A 及び B に

とり，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，A は赤色を呈し，B は濃赤色を呈する．

旋光度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：−50.0 ～ −53.5°（乾燥後，1 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を希塩酸 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は色の比較液 A より濃くない．

（2） アドレナロン　本品 50 mg を 0.05 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.40 以下である．

（3） ノルアドレナリン　本品 10.0 mg をとり，L−酒石酸のメタノール溶液（1 → 200）2.0 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，ピリジン 3.0 mL を加え，更に新たに製したナフトキノンスルホン酸ナトリウム試液 1.0 mL を加え，暗所で 30 分間放置する．この液に L−アスコルビン酸 0.05 g を含むピリジン 5.0 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品 2.0 mg 及びアドレナリン酒石酸水素塩標準品 90 mg にメタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（2 g，減圧，シリカゲル，18 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.32 mg $C_9H_{13}NO_3$

貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容　器　気密容器．

アドレナリン液

Adrenaline Solution

エピネフリン液

塩酸アドレナリン液

塩酸エピネフリン液

本品は定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$：183.20）0.085 ～ 0.115 w/v% を含む．

製法

アドレナリン	1 g
塩化ナトリウム	8.5 g
薄めた塩酸（9 → 100）	10 mL
安定剤	適量
保存剤	適量
精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は無色～わずかに赤色を帯びた澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験

（1） 本品 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2） 本品 1 mL ずつを試験管 A 及び B にとり，以下「アドレナリン」の確認試験（2）を準用する．

定量法　本品 30 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素 25 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を 3 回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色に呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム 2.1 g を加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸 1.0 mL を速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5 分間放置した後，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して 3 mL とする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷した後，その質量 W（mg）を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 5 mL とする．この液につき，層長 100 mm で比旋光度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$ を測定する．

アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）の量（mg）

$= W \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]^{20}_{D}|) / 93\} \times 0.5923$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容　器　気密容器．

アドレナリン注射液

Adrenaline Injection

エピネフリン注射液

塩酸アドレナリン注射液

塩酸エピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$：183.20）0.085 ～ 0.115 w/v% を含む．

製　法　本品は「アドレナリン」をとり，薄めた「塩酸」(9 → 10000）に溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となり，次に褐色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験

（1）　本品 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を経て，徐々に赤色に変わる．

（2）　本品 1 mL ずつを試験管 A 及び B にとり，以下「アドレナリン」の確認試験（2）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 30 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，四塩化炭素 25 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，放置し，四塩化炭素層を除き，更にこの操作を 3 回繰り返す．分液漏斗の栓及び口は水少量で洗い込む．これにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を滴加し，液が持続する青色を呈したとき，その青色が消えるまで直ちにチオ硫酸ナトリウム試液を滴加する．次に分液漏斗の口に付着しないように炭酸水素ナトリウム 2.1 g を加えて振り混ぜ，大部分の炭酸水素ナトリウムを溶かし，この液の中に無水酢酸 1.0 mL を速やかに注入する．直ちに軽く栓をし，ガスの発生がやむまで放置した後，激しく振り混ぜ，5 分間放置した後，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら加熱濃縮して 3 mL とする．この液を質量既知のビーカーにクロロホルム少量で洗い込み，再び加熱して蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷した後，その質量 W（mg）を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 5 mL とする．この液につき，層長 100 mm で比旋光度〈*2.49*〉$[\alpha]_D^{20}$ を測定する．

アドレナリン（$C_9H_{13}NO_3$）の量（mg）

$= W \times \{0.5 + (0.5 \times |[\alpha]_D^{20}|) / 93\} \times 0.5923$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

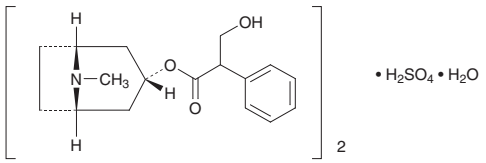
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アトロピン硫酸塩水和物

Atropine Sulfate Hydrate

アトロピン硫酸塩

硫酸アトロピン



$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83

(1*R*, 3*r*, 5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl [(2*RS*)-3-hydroxy-2-phenyl]propanoate hemisulfate hemihydrate

[*5908-99-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アトロピン硫酸塩〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：676.82〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：188 ～ 194 ℃（分解）．乾燥後，180 ℃ の浴液中に挿入し，1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）2 mL にテトラクロロ金（Ⅲ）酸試液 4 ～ 5 滴を加えるとき，光沢を帯びない黄白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 25）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加えて 2 ～ 3 分間放置した後，析出した結晶をろ取し，水で洗い，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 115 ～ 118 ℃ である．

（4）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　類縁物質　本品 0.25 g を薄めた塩酸（1 → 10）1 mL に溶かし，水を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液 5 mL にヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

（ii）　試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加えて強く振り混ぜるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，その 7 mL をとり，5 分間放置する．

（4） ヒヨスチアミン　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液につき層長 100 mm で比旋光度〈2.49〉を測定するとき，〔α〕$^{20}_{D}$ は −0.60 ～ +0.10° である．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），110 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
　= 33.84 mg $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

アトロピン硫酸塩注射液

Atropine Sulfate Injection
硫酸アトロピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83〕を含む．

製　法 本品は「アトロピン硫酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状 本品は無色澄明の液である．
pH：4.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」1 mg に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アトロピン硫酸塩水和物」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「アトロピン硫酸塩水和物」5 mg に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をエタノール（95）1 mL に溶かし，試料溶液とする．不溶物が残るときは，残留物を粉砕し，静置後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 10 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/水/アンモニア水（28）混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 10 分間乾燥する．冷後，これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，だいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

エンドトキシン〈4.01〉 75 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕約 5 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）
　= $W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/5) \times 1.0266$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 1000）

試験条件
　検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
　カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
　カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
　移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 0.4 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．
　流量：アトロピンの保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性
　システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
　システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

亜ヒ酸パスタ

Arsenical Paste

本品は定量するとき，三酸化ヒ素（As_2O_3：197.84）36.0 ～ 44.0 % を含む．

製　法

三酸化ヒ素，細末	40 g
プロカイン塩酸塩，細末	10 g
親 水 軟 膏	30 g
チョウジ油	適 量
薬　用　炭	適 量
全　　量	100 g

「三酸化ヒ素」及び「プロカイン塩酸塩」をとり，「親水軟膏」と混和し，「チョウジ油」を加えて適当の稠度とした後，「薬用炭」を加えて着色する．

性　状　本品は灰黒色で，チョウジ油のにおいがある．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を小フラスコにとり，発煙硝酸 5 mL 及び硫酸 5 mL を加え，直火で加熱し，反応液が無色となり白煙を生じたとき，冷却し，注意して水 20 mL 中に加え，温時，硫化水素試液 10 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（三酸化ヒ素）．

（2）　本品 0.5 g にジエチルエーテル 25 mL，希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する（プロカイン塩酸塩）．

（3）　本品 0.5 g にジエチルエーテル 25 mL 及び水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン 0.01 g を水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，150 mL のケルダールフラスコに入れ，発煙硝酸 5 mL 及び硫酸 10 mL を加えてよく混ぜ，注意して初め弱く，後に強く加熱する．赤色の酸化窒素ガスの発生が少なくなったとき，加熱をやめ，冷後，更に発煙硝酸 5 mL を加えて再び加熱し，赤色の酸化窒素ガスの発生がやみ，反応液が澄明になったとき，加熱をやめて放冷する．次にシュウ酸アンモニウム飽和溶液 30 mL を加え，再び加熱して硫酸の白煙が発生してから，更に 10 分間加熱し，シュウ酸を完全に分解する．冷後，あらかじめ水 40 mL を入れた共栓フラスコに無色の反応液を注意して移し，ケルダールフラスコを水 60 mL でよく洗い，洗液を先の共栓フラスコ中に加えて放冷する．これにヨウ化カリウム 3 g を加えて溶かし，室温で暗所に 45 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 5 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

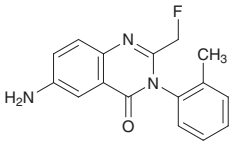
0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 4.946 mg As_2O_3

貯　法　容　　器　気密容器．

アフロクアロン

Afloqualone

アフロクァロン



$C_{16}H_{14}FN_3O$：283.30

6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3*H*-quinazolin-4-one

［*56287-74-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アフロクアロン（$C_{16}H_{14}FN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 150000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品 1.0 g を遮光した容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL にブロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は青色に変わる．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々

のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 7.2 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 5.5 に調整する．この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える．

流量：アフロクアロンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアフロクアロンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たアフロクアロンのピーク面積が，標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01 g を移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液（1 → 2000）5 mL を加えた後，移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アフロクアロン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アフロクアロンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 28.33 mg $C_{16}H_{14}FN_3O$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アヘン末

Powdered Opium

OPIUM PULVERATUM

本品はケシ *Papaver somniferum* Linné（*Papaveraceae*）から得たあへんを均質な粉末としたもの，又はこれにデンプン若しくは「乳糖水和物」を加えたものである．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）9.5 ～ 10.5 % を含む．

性 状 本品は黄褐色～暗褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めたエタノール（7 → 10）5 mL を加え，10 分間超音波処理した後，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて 10 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」25 mg，「コデインリン酸塩水和物」12 mg，「パパベリン塩酸塩」2 mg 及び「ノスカピン塩酸塩水和物」12 mg をそれぞれ薄めたエタノール（7 → 10）25 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピン）．

（2） 本品 0.1 g に水 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（3 → 10）1 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．この液に，直ちにジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈しない（メコン酸）．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法 本品約 5 g を精密に量り，乳鉢に入れ，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，水酸化カルシウム 2 g 及び正確に水 40 mL を加えて 20 分間かき混ぜた後，ろ過する．ろ液 30 mL に硫酸マグネシウム七水和物 0.1 g を加え，1 分間振り混ぜ，水酸化カルシウム 0.3 g を加えて 1 分間振り混ぜ，1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL を正確に量り，共栓フラスコに入れ，ジエチルエーテル 10 mL 及び塩化アンモニウム 0.3 g を加え，注意して激しく振り混ぜ，結晶が析出し始めたとき，振り混ぜ機を用い，30 分間振り動かし，5 ～ 10 ℃ で一夜放置した後，初めジエチルエーテル層を，次に水層を直径 7 cm のろ紙を用いてろ過する．共栓フラスコに付着した結晶をジエチルエーテルを飽和した水 5 mL ずつで 3 回洗い，毎回の洗液でろ紙上の結晶を洗い，最後にジエチルエーテルを飽和した水 5 mL で共栓フラスコの口及びろ紙の上辺を洗う．結晶はろ紙と共にビーカーに移し，正確に 0.05 mol/L 硫酸 15 mL を量り，この液で共栓フラスコ中の結晶を先のビーカーに洗い込む．共栓フラスコは水 5 mL ずつで 4 回洗い，洗液はビーカーの液に合わせ，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 4 滴）．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

アヘン散
Diluted Opium Powder

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製　法

アヘン末	100 g
デンプン又は適当な賦形剤	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．本品には「乳糖水和物」を加えない．

性　状　本品は淡褐色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 g をとり「アヘン末」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法　本品約 50 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，希エタノール 250 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 1 時間かき混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ過器上の残留物を先の共栓フラスコに移し，希エタノール 50 mL を加え，40 ℃ の水浴中で 10 分間かき混ぜた後，先のガラスろ過器を用いてろ過し，希エタノール 50 mL ずつを用い，更に 3 回この操作を繰り返す．全ろ液を乳鉢に合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）10 mL を加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

アヘンチンキ
Opium Tincture

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.93 ～ 1.07 w/v% を含む．

製　法

アヘン末	100 g
35 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，チンキ剤の製法により製する．ただし，35 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は暗赤褐色の液である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 1 mL に薄めたエタノール（7 → 10）を加えて 10 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「アヘン末」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「アヘン末」の確認試験（2）を準用する．

アルコール数〈*1.01*〉 3.5 以上（第 1 法）．

定 量 法　本品 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）10 mL を加え，再び蒸発乾固する．冷後，正確に水 10 mL を加えてよくすり混ぜ，以下「アヘン末」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 28.53 mg $C_{17}H_{19}NO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩
Opium Alkaloids Hydrochlorides

塩酸アヘンアルカロイド

オピアル

本品はあへん中の数種の主要なアルカロイドの塩酸塩である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）47.0 ～ 52.0 % 及び他のアルカロイド 35.0 ～ 41.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別に「モルヒネ塩酸塩水和物」60 mg，「ノスカピン塩酸塩水和物」40 mg，「コデインリン酸塩水和物」10 mg 及び「パパベリン塩酸塩」10 mg をそれぞれ薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び各標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ，ノスカピン，コデイン及びパパベリン）．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 420 nm の吸光度を測定するとき，0.20 以下である．

（2） メコン酸　本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，あらかじめ水 5 mL を通したカラム（55 ～ 105 μm の前処理用アミノプロピルシリル化シリカゲル約 0.36 g を内径約 1

cm のポリエチレン製のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に注入する．次に水 5 mL，メタノール 5 mL，0.1 mol/L 塩酸 10 mL の順にカラムを洗浄し，1 mol/L 塩酸 2 mL を通し，溶出液を試験液とする．試験液に希水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化鉄(Ⅲ)試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 6.0 % 以下（0.5 g，120 ℃，8 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のモルヒネ，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのピーク面積 A_{T1}，A_{T2}，A_{T3}，A_{T4}，A_{T5} 及び A_{T6} 並びに標準溶液のモルヒネのピーク面積 A_S を測定する．

モルヒネ($C_{17}H_{19}NO_3$)の量(mg) $= W_S \times (A_{T1} / A_S) \times 0.8867$

他のアルカロイドの量（mg）

$$= W_S \times \{(A_{T2} + 0.29A_{T3} + 0.20A_{T4} + 0.19A_{T5} + A_{T6}) / A_S\} \times 0.8867$$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

ただし，下記の条件で操作するとき，コデイン，パパベリン，テバイン，ナルセイン及びノスカピンのモルヒネに対する相対保持時間は以下のとおりである．

成分名	相対保持時間
コデイン	1.1
パパベリン	1.9
テバイン	2.5
ナルセイン	2.8
ノスカピン	3.6

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：「モルヒネ塩酸塩水和物」60 mg，「コデインリン酸塩水和物」10 mg，「パパベリン塩酸塩」10 mg 及び「ノスカピン塩酸塩水和物」40 mg に水を加えて溶かし，50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，コデイン，パパベリン，ノスカピンの順に溶出し，それぞれのピークは完全に分離し，モルヒネとコデインの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，モルヒネのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アヘンアルカロイド塩酸塩注射液

Opium Alkaloids Hydrochlorides Injection

塩酸アヘンアルカロイド注射液

オピアル注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% を含む．

製 法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
注射用水	適量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験 本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の定量法（1）を準用する．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・アトロピン注射液

Opium Alkaloids and Atropine Injection

オピアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$

・H_2SO_4・H_2O：694.83〕0.027～0.033 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験

（1）本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL につき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.2 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（アトロピン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）モルヒネ　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2）アトロピン硫酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2$・H_2SO_4・H_2O〕の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.027$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：アトロピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件

で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）1.80 ～ 2.20 w/v% 及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31）0.054 ～ 0.066 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	40 g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.6 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験

（1） 本品 1 mL に水 1 mL 及びエタノール（99.5）2 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品 1 mL に水 1 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加える．以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（スコポラミン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） モルヒネ　本品 1 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する

スコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/50) \times 1.146$

W_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル−メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

弱アヘンアルカロイド・スコポラミン注射液

Weak Opium Alkaloids and Scopolamine Injection

弱オピスコ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$：285.34）0.90 ～ 1.10 w/v% 及びスコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31）0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

アヘンアルカロイド塩酸塩	20 g
スコポラミン臭化水素酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡褐色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 3.5

確認試験

（1）　本品 1 mL にエタノール（99.5）1 mL を加えて混和し，試料溶液とする．以下「アヘンアルカロイド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加え，加温して溶かす．この液を氷水中で時々振り混ぜながら 30 分間放置し，結晶を析出させた後，上澄液を試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品 0.03 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL につき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た数個のスポットの内，R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（スコポラミン）．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　モルヒネ　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ（$C_{17}H_{19}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.8867$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL を加えて溶かした後，水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） スコポラミン臭化水素酸塩水和物　本品 4 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL を加える．この液をジクロロメタン 10 mL ずつを用いて 2 回振り混ぜ，ジクロロメタン層を除く．水層にアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にスコポラミン臭化水素酸塩標準品（別途「スコポラミン臭化水素酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 60 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 1.1406$

W_S：乾燥物に換算したスコポラミン臭化水素酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1.5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：スコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スコポラミンの順に流出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するスコポラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

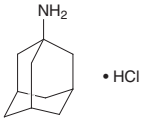
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アマンタジン塩酸塩

Amantadine Hydrochloride

塩酸アマンタジン



$C_{10}H_{17}N \cdot HCl$：187.71

Tricyclo[3.3.1.1^{3,7}]dec-1-ylamine monohydrochloride

[*665-66-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アマンタジン塩酸塩（$C_{10}H_{17}N \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にピリジン 1 mL 及び無水酢酸 0.1 mL を加え，1 分間煮沸して溶かした後，希塩酸 10 mL を加え，氷水中で冷却する．析出した結晶をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 147 ～ 151 ℃ である．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.50 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜる．漏斗上に無水硫酸ナトリウム 3 g をのせた脱脂綿を用いてクロロホルム層をろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアマンタジン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のアマンタジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用石油系ヘキサメチルテトラコサン類分枝炭化水素混合物（L）及び水酸化カリウムを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にそれぞれ 2 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：125 ℃ 付近の一定温度で注入し，5 分間保った後，150 ℃ になるまで 1 分間に 5 ℃ の割合で昇温し，150 ℃ 付近の一定温度に 15 分間保つ．

キャリヤーガス：窒素

流量：アマンタジンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

カラムの選定：ナフタレン 0.15 g を試料溶液 5 mL に溶かし，クロロホルムを加えて 100 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナフタレン，アマンタジンの順に溶出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たアマンタジンのピーク高さが，フルスケールの約 10 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアマンタジンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）を加えて 70 mL とし，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

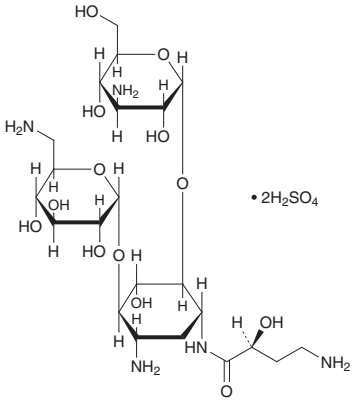
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.77 mg $C_{10}H_{17}N \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

アミカシン硫酸塩

Amikacin Sulfate

硫酸アミカシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{13} \cdot 2H_2SO_4$：781.76

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine disulfate ［*39831-55-5*］

本品は，カナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 691 ～ 791 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アミカシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{13}$：585.60）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアミカシン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びアミカシン硫酸塩標準品 0.1 g ずつを水 4 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/アンモニア水（28）/メタノール/テトラヒドロフラン混液（1：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋76 ～ ＋84°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.10 g を水 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/アンモニア水（28）/メタノール/テトラヒドロフラン混液（1：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びアミカシン硫酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 50 mL とする．それぞれの液 200 μL ずつを正確に栓付き試験管にとり，ピリジン 3 mL 及び 2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸溶液（1 → 100）2 mL ずつを正確に加えて密栓し，70 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，酢酸（100）2 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のアミカシン誘導体のピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

アミカシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{13}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (H_T / H_S) \times 1000$

W_S：アミカシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 800 mL に溶かし，水酸化カリウム溶液（1 → 40）で pH を 6.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 280 mL にメタノール 720 mL を加えて混和する．

流量：アミカシン誘導体の保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

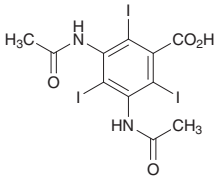
システムの性能：本品約 5 mg（力価）及び硫酸カナマイシン約 5 mg（力価）を水 5 mL に溶かす．この液 200 μL を栓付き試験管にとり，ピリジン 3 mL 及び 2,4,6-トリニトロベンゼンスルホン酸溶液（1 → 100）2 mL を加えて密栓し，70 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，酢酸（100）2 mL を加えた液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミカシン誘導体，カナマイシン誘導体の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アミカシン誘導体のピーク高さの相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

アミドトリゾ酸

Amidotrizoic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91

3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triiodobenzoic acid［*117-96-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.15 以下である．

（3） 可溶性ハロゲン化物　本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし，更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をネスラー管にとり，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．

（4） ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.46 mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製　法

（1）

アミドトリゾ酸（無水物として）	522.77 g
水酸化ナトリウム	25.16 g
メグルミン	43.43 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

（2）

アミドトリゾ酸（無水物として）	471.78 g
水酸化ナトリウム	5.03 g
メグルミン	125.46 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

（3）

アミドトリゾ酸（無水物として）	597.30 g
水酸化ナトリウム	6.29 g
メグルミン	159.24 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上（1），（2）又は（3）をとり，注射剤の製法により製する．

性　状 本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「アミドトリゾ酸」の確認試験（2）を準用する．

（2） 本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉

製法（1）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－1.01 ～ －1.17°（100 mm）．

製法（2）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－2.91 ～ －3.36°（100 mm）．

製法（3）によるもの　$[\alpha]_D^{20}$：－3.69 ～ －4.27°（100 mm）．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 7.7

純度試験

（1） 芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 6 mL を加えて混和した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「アミドトリゾ酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.19 以下である．

（2） ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.25 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉 本品の表示量に従い 1 mL 中にアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）0.20 g を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のアミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用アミドトリゾ酸（別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量（mg）

内標準溶液　アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及びリン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 800 mL とする．この液にアセトニトリル 210 mL を加えて混和する．

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミドトリゾ酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アミドトリゾ酸メグルミン注射液

Meglumine Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）46.9 ～ 51.8 w/v% を含む．

製　法

アミドトリゾ酸（無水物として）	493.2 g
メグルミン	156.8 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mL に水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「アミドトリゾ酸」の確認試験（2）を準用する．

（2）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：−3.63 ～ −4.20°（100 mm）．

pH〈2.54〉　6.0 ～ 7.7

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品 0.40 mL をとり，水 6 mL を加えて混和した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「アミドトリゾ酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.19 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.50 mL に水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品をとり，1 mL 中に本品 0.40 mL を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用アミドトリゾ酸（別途「アミドトリゾ酸」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アミドトリゾ酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の秤取量（mg）

内標準溶液　アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液（3 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及び

リン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整した後，水を加えて 800 mL とする．この液にアセトニトリル 210 mL を加えて混和する．

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アミドトリゾ酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

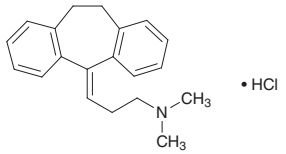
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

アミトリプチリン塩酸塩

Amitriptyline Hydrochloride

塩酸アミトリプチリン



$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride

[*549-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色～微黄色の結晶性の粉末で，味は苦く，麻ひ性である．

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 3 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液の色は暗褐色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 500）1 mL に希硝酸 0.5 mL を加えて酸性とし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアミトリプチリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　195 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 31.39 mg $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミトリプチリン塩酸塩錠

Amitriptyline Hydrochloride Tablets

塩酸アミトリプチリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86）を含む．

製　法　本品は「アミトリプチリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「アミトリプチリン塩酸塩」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で約 2 mL になるまで濃縮し，液が混濁を生じるまでジエチルエーテルを加えて放置する．析出した結晶をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，このものにつき，「アミトリプチリン塩酸塩」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2）　（1）の結晶に水を加えて溶かした液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 240 nm に吸収の極大を示し，228 ～ 230 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）約 11 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に *V′* mL とし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて

正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のアミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）75 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にアミトリプチリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

アミトリプチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）の量（mg）

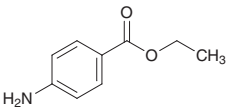
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

アミノ安息香酸エチル

Ethyl Aminobenzoate
アネスタミン
ベンゾカイン



$C_9H_{11}NO_2$：165.19
Ethyl 4-aminobenzoate ［*94-09-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アミノ安息香酸エチル（$C_9H_{11}NO_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦く，舌を麻ひする．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g に水 5 mL を加え，希塩酸を滴加して溶かし，ヨウ素試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.05 g に酢酸（31）2 滴及び硫酸 5 滴を加えて加温するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

融 点〈2.60〉 89 ～ 91 ℃

純度試験

（1） 酸 本品 1.0 g を中和エタノール 10 mL に溶かし，水 10 mL，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 塩化物 本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，希硝酸 2 ～ 3 滴及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

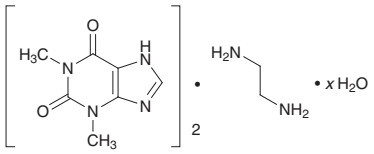
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，塩酸 10 mL 及び水 70 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 16.52 mg $C_9H_{11}NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

アミノフィリン水和物

Aminophylline Hydrate
アミノフィリン



$C_{14}H_{16}N_8O_4 \cdot C_2H_8N_2 \cdot xH_2O$
1,3-Dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione
hemi(ethylenediamine) hydrate ［*5877-66-5*，二水和物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$：180.16）84.0 ～ 86.0 % 及びエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$：60.10）14.0 ～ 15.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粒又は粉末で，においはないか，又はわずかにアンモニアようのにおいがあり，味は苦い．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき，ほとんど溶け，2 ～ 3 分後，結晶が析出し始める．この結晶は少量のエチレンジアミンを追加するとき溶ける．

本品は光によって徐々に変化し，空気中に放置するとき，次第にエチレンジアミンを失う．

確認試験

（1）　本品 0.75 g を水 30 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に希塩酸 1 mL を加えるとき，徐々に沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 271 ～ 275 ℃ である．

（2）（1）の結晶 0.1 g を水 50 mL に溶かす．この液 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，更にタンニン酸試液を滴加するとき，沈殿は溶ける．

（3）（1）の結晶 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき消える．

（4）（1）の結晶 0.01 g を水 5 mL に溶かし，pH 8.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）・ピリジン試液 1 mL を加えて混和した後，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5）（1）の試料溶液 5 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えるとき，液は紫色を呈し，更に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，液は青色に変わり，放置するとき，緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 8.0 ～ 9.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　7.9 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）　テオフィリン　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL 及びアンモニア試液 8 mL を加え，水浴上で穏やかに加温して溶かす．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え，水浴上で 15 分間加温した後，5 ～ 10 ℃ で 20 分間放置し，沈殿を吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸を加えて中性とし，更に希硝酸 3 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

（2）　エチレンジアミン　本品約 0.5 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 3.005 mg $C_2H_8N_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アミノフィリン注射液

Aminophylline Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，「アミノフィリン水和物」の表示量の 75 ～ 86 % に対応するテオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$：180.16）及び 13 ～ 20 % に対応するエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$：60.10）を含む．

本品の濃度はアミノフィリン二水和物（$C_{16}H_{24}N_{10}O_4 \cdot 2H_2O$：456.46）の量で表示する．

製　法　本品は「アミノフィリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．また，「アミノフィリン水和物」の代わりに「テオフィリン」に対応量の「エチレンジアミン」を用いて製することができる．

本品には安定剤として「アミノフィリン水和物」1 g につき，更に「エチレンジアミン」60 mg 以下を加えることができる．

性　状　本品は無色澄明の液で，味はわずかに苦い．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：8.0 ～ 10.0

確認試験　本品の表示量に従い「アミノフィリン水和物」0.75 g に対応する容量をとり，水を加えて 30 mL とする．この液につき，「アミノフィリン水和物」の確認試験を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　テオフィリン　本品のテオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$）約 0.2 g（「アミノフィリン水和物」約 0.25 g）に対応する容量を正確に量り，水 15 mL，アンモニア試液 8 mL 及び硝酸銀試液 20 mL を加え，水浴上で 15 分間加温した後，5 ～ 10 ℃ で 20 分間冷却し，沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，水 10 mL ずつで 3 回洗う．沈殿を硝酸 5 mL に溶かし，ガラスろ過器を水 10 mL ずつで 3 回洗う．硝酸液及び洗液を合わせ，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
＝ 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

（2）　エチレンジアミン　本品のエチレンジアミン（$C_2H_8N_2$）約 30 mg（「アミノフィリン水和物」約 0.2 g）に対応する容量を正確に量り，水を加えて 30 mL とし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 2 ～ 3 滴）．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 3.005 mg $C_2H_8N_2$

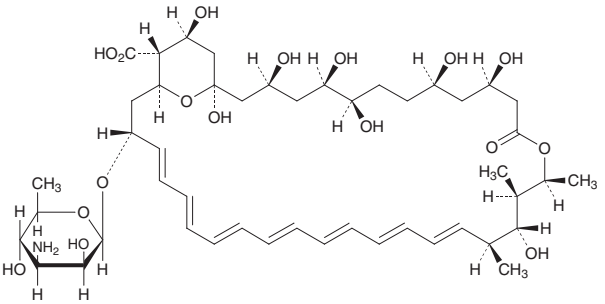
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

アムホテリシン B

Amphotericin B



$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08

(1*R*,3*S*,5*R*,6*R*,9*R*,11*R*,15*S*,16*R*,17*R*,18*S*,19*E*,21*E*,23*E*,25*E*,27*E*,29*E*,31*E*,33*R*,35*S*,36*S*,37*S*)-33-(3-Amino-3,6-dideoxy-*β*-D-mannopyranosyloxy)-1,3,5,6,9,11,17,37-octahydroxy-15,16,18-trimethyl-13-oxo-14,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid

[*1397-89-3*]

本品は，*Streptomyces nodosus* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 840 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，アムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～だいだい色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）本品 5 mg をジメチルスルホキシド 10 mL に溶かす．この液 1 mL にリン酸 5 mL を加えるとき，2 層の間は青色を呈し，振り混ぜるとき，液は青色を呈する．また，この液に水 15 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色～淡黄褐色を呈する．

（2）本品 25 mg をジメチルスルホキシド 5 mL に溶かし，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアムホテリシン B 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　アムホテリシン A　本品及びアムホテリシン B 標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれジメチルスルホキシド 10 mL を正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液（1）とする．別にナイスタチン標準品約 20 mg を精密に量り，ジメチルスルホキシド 40 mL を正確に加えて溶かし，メタノールを加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，試料溶液と同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．波長 282 nm 及び 304 nm におけるそれぞれの吸光度を測定し，次式によりアムホテリシン A の量を求めるとき 5 % 以下である．ただし，注射剤以外の製剤に供する場合のアムホテリシン A の量は 15 % 以下である．

アムホテリシン A の量（%）

$$= \frac{W_S \times \{(A_{Sa1} \times A_{T2}) - (A_{Sa2} \times A_{T1})\} \times 25}{W_T \times \{(A_{Sa1} \times A_{Sb2}) - (A_{Sa2} \times A_{Sb1})\}}$$

W_S：ナイスタチン標準品の量（mg）

W_T：本品の量（mg）

A_{Sa1}：標準溶液（1）の 282 nm における吸光度

A_{Sb1}：標準溶液（2）の 282 nm における吸光度

A_{Sa2}：標準溶液（1）の 304 nm における吸光度

A_{Sb2}：標準溶液（2）の 304 nm における吸光度

A_{T1}：試料溶液の 282 nm における吸光度

A_{T2}：試料溶液の 304 nm における吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 を用いる．

（ii）培地　培地（1）の 2）を用いる．

（iii）円筒カンテン平板の調製　円筒平板法の 5 を準用する．ただし，底の平らなペトリ皿を用い，基層用カンテン培地は分注せず，種層用カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

（iv）標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．アムホテリシン B 標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 20 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器.

アムホテリシン B 錠
Amphotericin B Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 120.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を T とする.

乾燥減量〈2.41〉　5.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）.

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（i）　試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する.

（ii）　試料溶液　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従い「アムホテリシン B」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約 70 mL を加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とする．この液の一部を遠心分離し，上澄液を試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯　法　容　　器　密閉容器.

アムホテリシン B シロップ
Amphotericin B Syrup

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，シロップ剤の製法により製する.

確認試験　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する容量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

pH〈2.54〉　5.0 ～ 7.0

微生物限度〈4.05〉　試験を行うとき，本品 1 mL につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である.

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う.

（i）　試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する.

（ii）　試料溶液　本操作は遮光した容器を用いて行う．表示量に従い「アムホテリシン B」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシド約 70 mL を加えて振り混ぜた後，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

注射用アムホテリシン B
Amphotericin B for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 120.0 % に対応するアムホテリシン B（$C_{47}H_{73}NO_{17}$：924.08）を含む.

製　法　本品は「アムホテリシン B」をとり，注射剤の製法により製する.

性　状　本品は黄色～だいだい色の粉末又は塊である.

確認試験　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」25 mg（力価）に対応する量をとり，ジメチルスルホキシド 5 mL 及びメタノール 45 mL を加えて振り混ぜた後，この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 361 ～ 365 nm，380 ～ 384 nm 及び 403 ～ 407 nm に吸収の極大を示す.

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」50 mg（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かす．この液 1 mL に水を加えて 50 mL とした液の pH は 7.2 ～ 8.0 である.

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「アムホテリシン B」50 mg（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～だいだい色澄明である.

乾燥減量〈2.41〉　8.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）.

エンドトキシン〈4.01〉　3.0 EU/mg（力価）未満.

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を T とする.

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する.

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ）試験菌，培地，円筒カンテン平板の調製及び標準溶液は，「アムホテリシン B」の定量法を準用する．

（ii）試料溶液 本操作は遮光した容器を用いて行う．表示量に従い「アムホテリシン B」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かして正確に 50 mL とし，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，ジメチルスルホキシドを加えて，1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製する．この液 1 mL ずつを正確に量り，pH 10.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

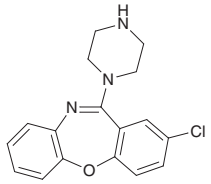
貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 密封容器．

アモキサピン

Amoxapine



$C_{17}H_{16}ClN_3O$：313.78

2-Chloro-11-(piperazin-1-yl)dibenzo[*b*,*f*][1,4]oxazepine

[*14028-44-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アモキサピン（$C_{17}H_{16}ClN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 178 ～ 182 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.5 g をエタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（95）/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.4 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

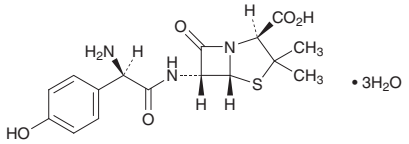
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 15.69 mg $C_{17}H_{16}ClN_3O$

貯 法 容 器 気密容器．

アモキシシリン水和物

Amoxicillin Hydrate

アモキシシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$：419.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate

[*61336-70-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アモキシシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアモキシシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋290 ～ ＋315°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，硫酸マグネシウム七水和物溶液（1 → 4）2 mL を加えて混和した後，水浴上で加熱して蒸発乾固する．残留物を弱く加熱して炭化し，冷後，硫酸 1 mL を加えて注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し灰化する．冷後，残留物に塩酸 1 mL を加え，水浴上で加温して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，アンモニア試液で pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL をとり，硫酸マグネシウム溶液（1 → 4）2 mL を加えて混和した後，検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアモキシシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアモキシシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.361 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（31）を用いて pH 4.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：アモキシシリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：アモキシシリンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 200）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアモキシシリンのピーク面積が，標準溶液のアモキシシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数は 2500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 11.0 ～ 15.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアモキシシリン標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをホウ酸溶液（1 → 200）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アモキシシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：アモキシシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.361 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（31）を用いて pH 4.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：アモキシシリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

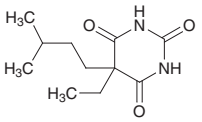
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アモキシシリンのピークの理論段数は 2500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アモキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

アモバルビタール

Amobarbital



$C_{11}H_{18}N_2O_3$：226.27

5-Ethyl-5-(3-methylbutyl)pyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione ［*57-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタール（$C_{11}H_{18}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 5.6 である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．

（3） 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 168 ～ 173 ℃ 又は 150 ～ 154 ℃ である．

融　点〈*2.60*〉 157 ～ 160 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

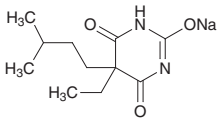
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 22.63 mg $C_{11}H_{18}N_2O_3$

貯 法 容　器　密閉容器．

注射用アモバルビタールナトリウム

Amobarbital Sodium for Injection



$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$：248.25

Monosodium 5-ethyl-5-(3-methylbutyl)-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate ［*64-43-7*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アモバルビタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$）98.5 % 以上を含み，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するアモバルビタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$）を含む．

製　法　本品は注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.0 ～ 11.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 1.5 g を水 20 mL に溶かし，かき混ぜながら希塩酸 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL で 4 回洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 157 ～ 160 ℃ である．更にこの沈殿につき，「アモバルビタール」の確認試験を準用する．

（2） 本品 0.5 g を強熱し，冷後，残留物を水 10 mL に溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を水 49 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL，酢酸（100）0.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.018 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を水 49 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，酢酸（100）0.5 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 45 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後，更に時々振り混ぜながら水浴上で 2 分間加温する．冷後，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，

次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 2.5 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，希酢酸 2.5 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） 中性又は塩基性物質　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.30 % 以下である．

（6） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

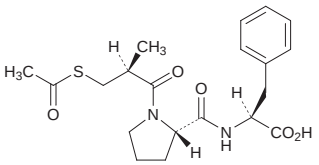
定 量 法 本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL，希塩酸 10 mL を加え，クロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，ろ過する．ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール（95）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム 160 mL にエタノール（95）30 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 24.83 mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_3$

貯 法 容 器 密封容器．

アラセプリル

Alacepril



$C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50

(2*S*)-2-{(2*S*)-1-[(2*S*)-3-(Acetylsulfanyl)-2-methylpropanoyl]pyrrolidine-2-carbonyl}amino-3-phenylpropanoic acid

[*74258-86-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 20 mg に水酸化ナトリウム 0.1 g を加え，徐々に加熱して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，水 2 mL を加えて振り混ぜた後，酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，褐色～黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−81 ～ −85°（乾燥後，0.25 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 153 ～ 157 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にメタノール 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 50 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアラセプリル以外のピークの面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の 2/5 倍より大きくない．また，試料溶液のアラセプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアラセプリルのピーク面積より大きくない．ただし，アラセプリルに対する相対保持時間が約 2.3 及び約 2.6 のピークの面積は，自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.5 及び 1.9 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（6：2：1：1）

流量：アラセプリルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアラセプリルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアラセプリルのピーク面積が，標準溶液のアラセプリルのピーク面積の 30 ～ 50 % になることを確認する．

システムの性能：アラセプリル 20 mg をパラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 80000）50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アラセプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，メタノール/水混液（2：1）75 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.65 mg $C_{20}H_{26}N_2O_5S$

貯 法 容 器 気密容器．

アラセプリル錠
Alacepril Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するアラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$：406.50）を含む．

製 法 本品は「アラセプリル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「アラセプリル」0.1 g に対応する量をとり，エタノール（95）10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアラセプリル 10 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/ヘキサン混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，本品の表示量に従いアラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）10 mg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，次いでメタノールを加え，時々振り混ぜながら 15 分間超音波照射を行う．更に 15 分間振り混ぜた後，1 mL 中にアラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）約 0.5 mg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に V mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用アラセプリルの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（3 → 20000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にアラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）約 14 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 14 mg を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 230 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 300 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品 12.5 mg 錠及び 25 mg 錠の 30 分間の溶出率は 75 % 以上，50 mg 錠の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S：定量用アラセプリルの秤取量（mg）
C：1 錠中のアラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 2 mL を加えて潤し，次に内標準溶液 3 mL を正確に加え，更にメタノール 40 mL を加え，15 分間超音波照射し，冷後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用アラセプリルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とす

る．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アラセプリル（$C_{20}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

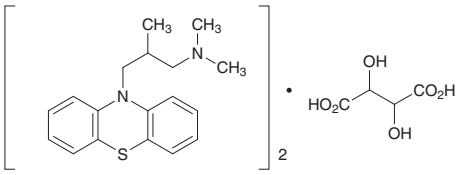
W_S：定量用アラセプリルの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（3 → 20000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（13：5：1：1）
流量：アラセプリルの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アラセプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアラセプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アリメマジン酒石酸塩

Alimemazine Tartrate
酒石酸アリメマジン



$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$：746.98
N,*N*,2-Trimethyl-3-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propylamine hemitartrate　[*41375-66-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アリメマジン酒石酸塩〔$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．
本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．
本品は光によって徐々に着色する．

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈し，直ちに黄色の沈殿を生じる．
（2）　本品 1 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発し，残留物をデシケーター（酸化リン（V））で 16 時間減圧乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 66 ～ 70 ℃ である．
（3）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（4）　（2）の水層を希酢酸で中和した液は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

融　点〈2.60〉　159 ～ 163 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の赤色が褐色を経て緑褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
$= 37.35$ mg $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

亜硫酸水素ナトリウム

Sodium Bisulfite
重亜硫酸ナトリウム

$NaHSO_3$：104.06

本品は亜硫酸水素ナトリウム及びピロ亜硫酸ナトリウムの混合物である．
本品は定量するとき，二酸化イオウ（SO_2：64.06）64.0 ～

67.4 % を含む．

性　状　本品は白色の粒又は粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は空気又は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　チオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 3.203 mg SO_2

貯　法

保存条件　遮光して，なるべく全満し，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥亜硫酸ナトリウム

Dried Sodium Sulfite

無水亜硫酸ナトリウム

Na_2SO_3：126.04

本品は定量するとき，亜硫酸ナトリウム（Na_2SO_3）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は約 10 である．

本品は湿った空気中で徐々に変化する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　チオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，塩酸 2 mL を徐々に加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に熱湯 3 mL 及び塩酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

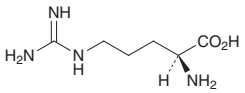
定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 6.302 mg Na_2SO_3

貯　法　容　　器　気密容器．

L-アルギニン

L-Arginine



$C_6H_{14}N_4O_2$：174.20

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid

［*74-79-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アルギニン（$C_6H_{14}N_4O_2$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋ 26.9 ～ ＋ 27.9°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.5 ～ 12.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物 〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム 〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（5） 重金属 〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，水 30 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，希塩酸で中和し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） 鉄 〈*1.10*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/アンモニア水（28）混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈*2.50*〉 する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 8.710 mg $C_6H_{14}N_4O_2$

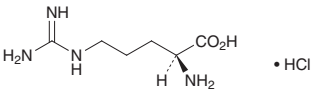
貯 法 容 器 気密容器．

L-アルギニン塩酸塩

L-Arginine Hydrochloride

塩酸アルギニン

塩酸 L-アルギニン



$C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$：210.66

(2*S*)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid monohydrochloride ［*1119-34-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応 〈*1.09*〉 を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋21.5 ～ ＋23.5°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 6.2 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩 〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） アンモニウム 〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4） 重金属 〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素 〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/水/アンモニア水（28）/1-ブタノール混液（2：1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5

分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.53 mg $C_6H_{14}N_4O_2$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

L−アルギニン塩酸塩注射液

L−Arginine Hydrochloride Injection

塩酸アルギニン注射液

塩酸 L−アルギニン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，L−アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2$・HCl：210.66）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

L−アルギニン塩酸塩	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び 1−ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 1000）1 ～ 2 滴を加え，5 分間放置した後，次亜塩素酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤だいだい色を呈する．

pH〈2.54〉 5.0 ～ 6.0

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 20 mL を正確に量り，7.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

L−アルギニン塩酸塩（$C_6H_{14}N_4O_2$・HCl）の量（mg）

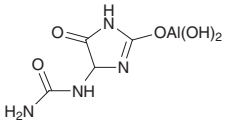
$= \alpha_D \times 4444$

貯 法 容 器 密封容器．

アルジオキサ

Aldioxa

ジヒドロキシアルミニウムアラントイナート



$C_4H_7AlN_4O_5$：218.10

Dihydroxo(5−oxo−4−ureido−4,5−dihydro−1*H*−imidazol−2−yl)oxoaluminium

[*5579−81−7*]

本品はアラントインと水酸化アルミニウムとの縮合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アラントイン（$C_4H_6N_4O_3$：158.12）65.3 ～ 74.3 % 及びアルミニウム（Al：26.98）11.1 ～ 13.0 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液（1 → 100）10 mL を加え，冷後，ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し，更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加え，加温して溶かし，冷却した液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g に希硝酸 6 mL を加え，振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.142 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.20 g に希塩酸 6 mL を加え，振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 硝酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL 及び硫酸 5 mL を注意して加え，振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を層積するとき，その接界面に褐色の輪帯を生じない．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g に塩酸 3 mL 及び水 3 mL を加え，振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 30 mL を加え，加温して振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法

（1） アラントイン　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，希硫酸 50 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 0.3953 mg $C_4H_6N_4O_3$

（2） アルミニウム　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，希塩酸 50 mL を加え，注意しながら加熱して溶かし，冷後，希塩酸を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にアルミニウム（Al：26.98）16.0 ～ 64.0 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　亜酸化窒素

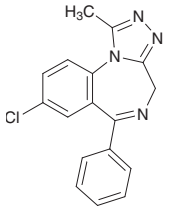
ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.2 nm

貯 法 容 器　密閉容器．

アルプラゾラム

Alprazolam



$C_{17}H_{13}ClN_4$：308.76

8-Chloro-1-methyl-6-phenyl-4*H*-[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine

[*28981-97-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプラゾラム（$C_{17}H_{13}ClN_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 0.7 mL に溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.6 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 4.0 ppm 及び δ 5.4 ppm 付近に二重線のシグナル B 及び C を，δ 7.1 ～ 7.9 ppm に幅広いシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：8 である．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 228 ～ 232 ℃

純度試験

（1）塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を希硝酸 10 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）類縁物質　本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/ヘキサン/酢酸エチル/エタノール（95）混液（4：2：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

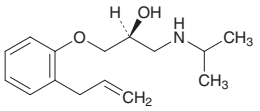
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 15.44 mg $C_{17}H_{13}ClN_4$

貯 法 容 器　密閉容器．

アルプレノロール塩酸塩

Alprenolol Hydrochloride

塩酸アルプレノロール



・HCl

及び鏡像異性体

$C_{15}H_{23}NO_2$・HCl：285.81

(2*RS*)−1−(2−Allylphenoxy)−3−[(1−methylethyl)amino]propan−2−ol monohydrochloride

[*13707−88−5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプレノロール塩酸塩（$C_{15}H_{23}NO_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.05 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル 1 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色を呈する．

（2）　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，臭素試液 1 ～ 2 滴を加え，振り混ぜるとき，試液の色は消える．

（3）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉　108 ～ 112 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/アセトン/酢酸（100）/水混液（60：42：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，ヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，減圧，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

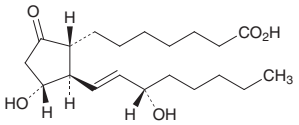
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.58 mg $C_{15}H_{23}NO_2$・HCl

貯　法　容　　器　密閉容器．

アルプロスタジル

Alprostadil

プロスタグランジン E_1



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

7−{(1*R*,2*R*,3*R*)−3−Hydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]−5−oxocyclopentyl}heptanoic acid

[*745−65−3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール（99.5）又はテトラヒドロフランに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 210 nm から波長 350 nm の間に吸収を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアルプロスタジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したアルプロスタジル標準品

のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：−53 ～ −61°（乾燥後，25 mg，テトラヒドロフラン，5 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 114 ～ 118 ℃

純度試験　類縁物質　本品 4 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約 0.70 及び約 1.26 のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 1/2 より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジルに対する相対保持時間約 0.88 及び約 1.18 のピーク面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積より大きくなく，試料溶液のアルプロスタジル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のアルプロスタジル以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルプロスタジルの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たアルプロスタジルのピーク面積が標準溶液のアルプロスタジルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アルプロスタジルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

定 量 法　本品及びアルプロスタジル標準品を乾燥し，その約 5 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，それぞれに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アルプロスタジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルの液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液（9：1）溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：196 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 9.07 g を水に溶かして 1000 mL とした液に，無水リン酸一水素ナトリウム 9.46 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて pH 6.3 に調整する．この液を水で 10 倍に薄める．この液 360 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 110 mL 及び液体クロマトグラフィー用メタノール 30 mL を加える．

流量：アルプロスタジルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

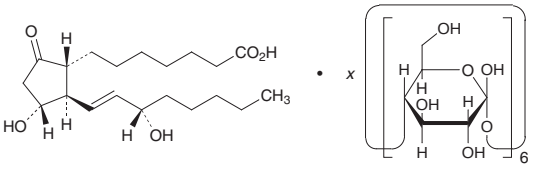
容　　器　気密容器．

アルプロスタジル　アルファデクス

Alprostadil Alfadex

アルプロスタジルアルファデクス

プロスタグランジン E_1 α−シクロデキストリン包接化合物



$C_{20}H_{34}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

7−{(1*R*,2*R*,3*R*)−3−Hydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]−5−oxocyclopentyl}heptanoic acid—α−cyclodextrin

[*55648−20−9*]

本品はアルプロスタジルの α−シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$：354.48）2.8 ～ 3.2 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95），酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液（1）とする．別に本品 0.02 g に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液（2）とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸 2 mL を加えて 5 分間振り混ぜるとき，試料溶液（1）から得た液はだいだい黄色を呈するが，試料溶液（2）から得た液は呈しない．

（2）　本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（17 → 100）5 mL を加えた後，氷冷して暗所に 20 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 0.05 g にヨウ素試液 1 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（4）　本品の希エタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 220 ～ 400 nm の範囲に吸収を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋126 ～ ＋138°（脱水物に換算したもの 0.1 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液は無色である．更にこの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.10 以下である．ただし，試験は溶液調製後，30 分間以内に行う．

（2）　プロスタグランジン A_1　本品 0.10 g をとり，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．別にプロスタグランジン A_1 1.5 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）2 mL 及び水を加えて 15 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，定量法の操作条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジン A_1 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液（1 → 15000）

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をとり，水 3 mL に溶かし，酢酸エチル 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液とする．別にプロスタグランジン A_1 1.0 mg をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸（100）混液（10：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール（95）溶液（1 → 4）を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで標準溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉　6.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 15 mL とし，試料溶液とする．別にアルプロスタジル標準品約 3 mg を精密に量り，エタノール（95）5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水を加えて 15 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アルプロスタジル（$C_{20}H_{34}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：アルプロスタジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの希エタノール溶液（1 → 15000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：アルプロスタジルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：本品約 0.1 g を水 5 mL に溶かし，プロスタグランジン A_1 のエタノール（95）溶液（3 → 200000）5 mL 及び内標準溶液 5 mL を加えた液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルプロスタジル，内標準物質，プロスタグランジン A_1 の順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

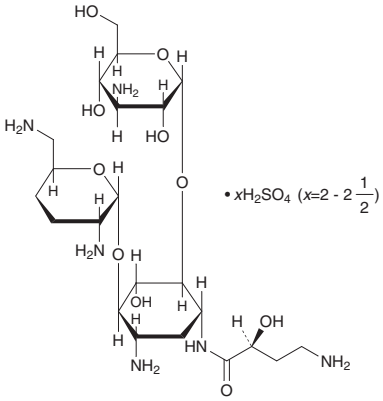
容　　器　気密容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

アルベカシン硫酸塩

Arbekacin Sulfate

硫酸アルベカシン



$C_{22}H_{44}N_6O_{10}\cdot xH_2SO_4$（$x = 2 - 2\frac{1}{2}$）

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-1-*N*-[(2*S*)-4-amino-2-hydroxybutanoyl]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*51025-85-5*, アルベカシン]

本品は，ジベカシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 670 ～ 750 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アルベカシン（$C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びアルベカシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール/クロロホルム/エタノール（95）混液（7：6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋69 ～ ＋79°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.75 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ジベカシン　本品約 20 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりジベカシンの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

ジベカシンの量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50) \times 100$

W_S：ジベカシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　硫酸ベカナマイシン溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：蛍光検出器（励起波長：340 nm，蛍光波長：460 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径約 0.3 mm，長さ約 3 m の管

反応コイル温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 8.70 g 及び無水硫酸ナトリウム 8.52 g を水 980 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 230 mL にメタノール 20 mL を加える．

反応試薬：ホウ酸 12.36 g を水 960 mL に溶かし，*o*-フタルアルデヒド 0.4 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かした液を加え，8 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて pH を 10.5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．更に，この液に 2-メルカプトエタノール 1 mL を加える．

反応温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：毎分 0.5 mL

反応液流量：毎分 1 mL

システム適合性

システムの性能：本品，硫酸ベカナマイシン及び硫酸ジベカシン 20 mg ずつをとり，水 200 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベカナマイシン，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，ベカナマイシンとアルベカシンの分離度は 5 以上であり，アルベカシンとジベカシンの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジベカシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 類縁物質　本品 20 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアルベカシン及びジベカシンのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のアルベカシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，反応コイル温度，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応液流量は純度試験（3）の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アルベカシンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ジベカシン 10 mg ずつを水 200 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，アルベカシン，ジベカシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アルベカシンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液　アルベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器　気密容器．

アルベカシン硫酸塩注射液

Arbekacin Sulfate Injection

硫酸アルベカシン注射液

本品は，水溶性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するアルベカシン（$C_{22}H_{44}N_6O_{10}$：552.62）を含む．

製 法　本品は「アルベカシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品 0.2 mL に水 1 mL を加えて試料溶液とする．アルベカシン硫酸塩標準品 10 mg を水 1 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール/クロロホルム/エタノール（95）混液（7：6：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，80 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

浸透圧比〈2.47〉 0.8 ～ 1.2（筋肉内に投与する注射液）．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 8.0

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mg（力価）未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無 菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，培地及び標準溶液は「アルベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

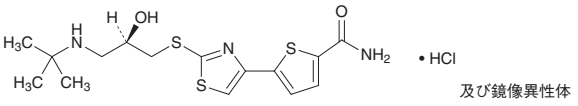
（ii） 試料溶液　表示量に従い「アルベカシン硫酸塩」約 20 mg（力価）に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器　密封容器．

アロチノロール塩酸塩

Arotinolol Hydrochloride

塩酸アロチノロール



$C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl：408.00

5-{2-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropylsulfanyl]-1,3-thiazol-4-yl}thiophene-2-carboxamide monohydrochloride ［*68377-91-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アロチノロール塩酸塩（$C_{15}H_{21}N_3O_2S_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノール又は水に溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 125）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 75000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，ジメチルスルホキシドに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジクロロメタン 50 mL ずつで 3 回抽出する．ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全ジクロロメタン抽出液を合わせ，減圧で蒸発乾固する．残留物を酢酸（100）70 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.40 mg $C_{15}H_{21}N_3O_2S_3 \cdot HCl$

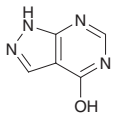
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

アロプリノール

Allopurinol



$C_5H_4N_4O$：136.11

1*H*-Pyrazolo[3,4-*d*]pyrimidin-4-ol ［*315-30-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アロプリノール（$C_5H_4N_4O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

融点：320 ℃ 以上（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL にアンモニア試液 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g に水 50 mL を加え，加温して溶かす．この液 5 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，青色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液 D より濃くない．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.05 g をアンモニア試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液飽和 1-ブタノールを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶

液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

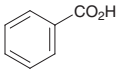
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.16 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 70 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 70 mL に水 12 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 13.61 mg $C_5H_4N_4O$

貯 法 容 器 気密容器．

安息香酸
Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$：122.12
Benzoic acid ［*65−85−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸（$C_7H_6O_2$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかにベンズアルデヒドようのにおいがある．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験 本品 1 g を水酸化ナトリウム試液 8 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とした液は安息香酸塩の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 121 ～ 124 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，アセトン 25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） 塩素化合物 本品 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約 600 ℃ で強熱した後，希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 0.5 mL を加える．

（3） 過マンガン酸カリウム還元性物質 水 100 mL に硫酸 1.5 mL を加え，煮沸しながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液を液の紅色が 30 秒間持続するまで滴加し，熱時この液に本品 1.0 g を溶かし，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の紅色は 15 秒以内に消えない．

（4） フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 Q より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

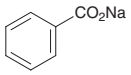
強熱残分〈2.44〉 0.05 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 25 mL 及び水 25 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 12.21 mg $C_7H_6O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

安息香酸ナトリウム
Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$：144.10
Monosodium benzoate ［*532−32−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，安息香酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粒，結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，甘味及び塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）は安息香酸塩の定性反応〈1.09〉並びにナトリウム塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液は無色である．この液に更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を追加するとき，液は赤色に変わる．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.40 g を水 40 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 3.5 mL を徐々に加え，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液

20 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.120 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 6 mL を徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を水酸化カルシウム 0.40 g とよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸 10 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 塩素化合物 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 10 mL を加えた後，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去する．得られた残留物 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにとり，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次にこれを約 600 ℃ で強熱した後，希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 0.5 mL を加える．

（7） フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 1.5 % 以下（2 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，300 mL の共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，ジエチルエーテル 75 mL 及びブロモフェノールブルー試液 10 滴を加え，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する．滴定は水層とエーテル層とをよく振り混ぜながら行い，終点は水層が持続する淡緑色を呈するときとする．

0.5 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 72.05 mg $C_7H_5NaO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

安息香酸ナトリウムカフェイン

Caffeine and Sodium Benzoate

アンナカ

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）48.0 ～ 50.0 % 及び安息香酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_2$：144.10）50.0 ～ 52.0 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 g を分液漏斗に入れ，水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回よく振り混ぜて抽出し，水層と分離する〔水層は（2）に用いる〕．クロロホルム抽出液を合わせてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．この残留物につき，次の試験を行う．

（i） 残留物の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（ii） 残留物 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（iii） 残留物 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する．

（2） （1）の水層 5 mL に水 5 mL を加えた液は安息香酸塩の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品を加熱するとき，白煙を発する．更に強熱し，この残留物に塩酸を加えるとき，泡立つ．また，この液はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） アルカリ 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液にフェノールフタレイン試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，赤色を呈しない．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，エタノール（95）30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール（95）30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（4） 塩素化合物 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，希硫酸 10 mL を加えた後，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，室温で蒸発乾固する．残留物及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぼにと

り，少量の水を加えて混ぜた後，乾燥する．次に約 600 ℃に強熱した後，希硝酸 20 mL を加えて溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は，次の比較液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁より濃くない．

比較液：炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g を水 47 mL に溶かし，よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を徐々に加えた後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） フタル酸　本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，120 ～ 125 ℃ の油浴中で加熱し，水を蒸発した後，更に 90 分間加熱する．冷後，水 5 mL を加えて溶かす．この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（43 → 500）10 mL を加えて振り混ぜた後，470 ～ 490 nm の光を照射するとき，発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない．

比較液：フタル酸水素カリウム 61 mg を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（8） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（2 g，80 ℃，4 時間）．

定 量 法

（1） 安息香酸ナトリウム　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第一当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液 1 mL
　= 14.41 mg $C_7H_5NaO_2$

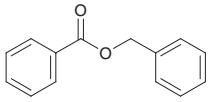
（2） カフェイン （1）の操作にひき続き，第一当量点から第二当量点まで 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4−ジオキサン液 1 mL
　= 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

安息香酸ベンジル

Benzyl Benzoate



$C_{14}H_{12}O_2$：212.24

Benzyl benzoate ［*120−51−4*］

本品は定量するとき，安息香酸ベンジル（$C_{14}H_{12}O_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，わずかに芳香があり，刺激性でやくような味がある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

凝固点：約 17 ℃

比重　d^{20}_{20}：約 1.123

沸点：約 323 ℃

確認試験

（1） 本品 1 mL に炭酸ナトリウム試液 5 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 2 mL を加え，穏やかに加熱するとき，ベンズアルデヒドのにおいを発する．

（2） 定量法で滴定の終わった液を水浴上で加温してエタノールを蒸発し，塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加えるとき，淡黄赤色の沈殿を生じ，この沈殿は希塩酸を加えるとき，白色に変わる．

屈 折 率〈*2.45*〉 n^{20}_{D}：1.568 ～ 1.570

純度試験　酸　本品 5.0 mL を中和エタノール 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 1 時間穏やかに煮沸し，冷後，過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 106.1 mg $C_{14}H_{12}O_2$

貯 法

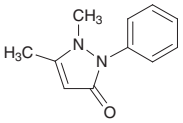
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

アンチピリン

Antipyrine

フェナゾン



$C_{11}H_{12}N_2O$：188.23

1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one

［*60-80-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン（$C_{11}H_{12}N_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は濃緑色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）2 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 4 滴を加えるとき，液は黄赤色を呈し，次に希硫酸 10 滴を加えるとき，淡黄色に変わる．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（4）　本品 0.1 g にバニリン 0.1 g，水 5 mL 及び硫酸 2 mL を加えて煮沸し，冷却するとき，黄赤色の沈殿を生じる．

融　点〈*2.60*〉　111 ～ 113 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸ナトリウム試液 20 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え，時々振り混ぜ，20 分間放置した後，クロロホルム 10 mL を加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 9.411 mg $C_{11}H_{12}N_2O$

貯　法　容　　器　密閉容器．

歯科用アンチホルミン

Dental Antiformin

歯科用次亜塩素酸ナトリウム液

本品は定量するとき，次亜塩素酸ナトリウム（NaClO：74.44）3.0 ～ 6.0 w/v% を含む．

性　状　本品は微淡黄緑色澄明の液で，わずかに塩素のにおいがある．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品は赤色リトマス紙を青変した後，これを脱色する．

（2）　本品に希塩酸を加えるとき，塩素のにおいを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 3 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL，ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸（31）10 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　＝ 3.722 mg NaClO

貯　法

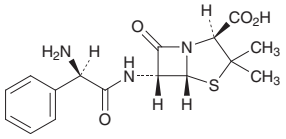
保存条件　遮光して，10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

無水アンピシリン

Anhydrous Ampicillin

無水アミノベンジルペニシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-［(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino］-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo［3.2.0］heptane-2-carboxylic acid　［*69-53-4*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1005 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋280 ～ ＋305°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は

4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.05 g を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

水 分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（2.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びアンピシリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えて溶かした後，それぞれに移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸を加えて pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 40 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

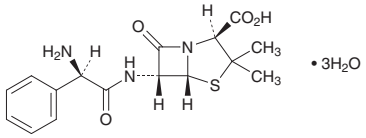
貯 法 容 器 気密容器．

アンピシリン水和物

Ampicillin Hydrate

アミノベンジルペニシリン

アンピシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$：403.45

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate ［*7177-48-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1005 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアンピシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+280 ～ +305°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 400 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれ

の液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピークの面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

（4） *N,N*−ジメチルアニリン　本品約 1 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を試料溶液とする．別に *N,N*−ジメチルアニリン約 50 mg を精密に量り，塩酸 2 mL 及び水 20 mL に溶かし，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *N,N*−ジメチルアニリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定し，次式により *N,N*−ジメチルアニリンの量を求めるとき，20 ppm 以下である．

N,N−ジメチルアニリンの量（ppm）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 400$

W_S：*N,N*−ジメチルアニリンの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　ナフタレンのシクロヘキサン溶液（1 → 20000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2.6 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル−50 % メチルポリシロキサンを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：*N,N*−ジメチルアニリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び内標準溶液 1 mL を正確に加え，1 分間激しく振り混ぜた後，静置し，上層の液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質のピーク面積に対する *N,N*−ジメチルアニリンのピーク面積の比は，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する *N,N*−ジメチルアニリンのピーク面積の比の 15 ～ 25 % である．

システムの性能：*N,N*−ジメチルアニリン 50 mg をとり，シクロヘキサンに溶かして 50 mL とする．この液 1 mL に内標準溶液を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N,N*−ジメチルアニリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *N,N*−ジメチルアニリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 12.0 ～ 15.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びアンピシリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを適量の移動相に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，それぞれに移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸で pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 40 以上である．

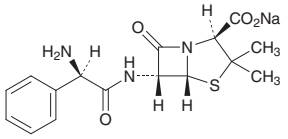
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

アンピシリンナトリウム

Ampicillin Sodium

アミノベンジルペニシリンナトリウム



$C_{16}H_{18}N_3NaO_4S$：371.39

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate [*69-52-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 850 ～ 950 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品をデシケーター（減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃）で 3 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+246 ～ +272°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.0 ～ 10.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアンピシリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のアンピシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94 g を水 850 mL に溶かし，アセトニトリル 100 mL を加え，リン酸で pH を 5.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：アンピシリンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たアンピシリンのピーク面積が，標準溶液のアンピシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：アンピシリン標準品 50 mg を量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）5 mL を加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，グアイフェネシンの順に溶出し，その分離度は 35 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するアンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　標準溶液　アンピシリン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 5 μg（力価）及び 1.25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

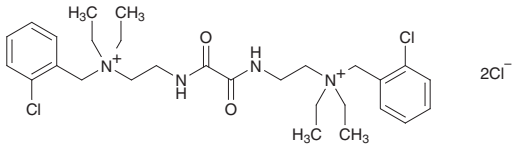
（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 5 μg（力価）及び 1.25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

アンベノニウム塩化物

Ambenonium Chloride

塩化アンベノニウム



$C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$：608.47

2,2′−[(1,2−Dioxoethane−1,2−diyl)diimino]bis[*N*−(2−chlorobenzyl)−*N*,*N*−diethylethylaminium] dichloride

[*115−79−7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンベノニウム塩化物（$C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/ギ酸/水混液（12：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　11.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.42 mg $C_{28}H_{42}Cl_4N_4O_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

アンモニア水

Ammonia Water

本品は定量するとき，アンモニア（NH_3：17.03）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

性　状　本品は無色澄明の液で，特異な強い刺激性のにおいがある．

本品はアルカリ性である．

比重　d^{20}_{20}：0.95 ～ 0.96

確認試験

（1）　本品の液面に，塩酸で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる．

（2）　本品の液面に，潤した赤色リトマス紙を近づけるとき，青変する．

純度試験

（1）　蒸発残留物　本品 10.0 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，希塩酸 1 mL を加え，更に蒸発乾固し，希酢酸 2 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（3）　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 10.0 mL に冷却しながら希硫酸 40 mL を加え，更に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 10 分以内に消えない．

定 量 法　本品 5 mL を正確に量り，水 25 mL に加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 17.03 mg NH_3

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

イオウ
Sulfur

S：32.07

本品を乾燥したものは定量するとき，イオウ（S）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は二硫化炭素に溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品は点火するとき，青色の炎をあげ，二酸化イオウの刺激性のにおいを発する．

（2）　本品 5 mg に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，冷後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（3）　本品 1 mg にピリジン 2 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加えて煮沸するとき，液は青色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）20 mL 及びエタノール（95）2 mL の混液を加え，煮沸して溶かすとき，液は澄明である．また，本品 2.0 g を二硫化炭素 10 mL に溶かすとき，ほとんど溶け，濁ることがあってもわずかである．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えて振り混ぜた後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.20 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL 及び水 10 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，400 mL のビーカーに入れ，過酸化水素試液 50 mL を加え，水浴上で 1 時間加熱する．次に希塩酸を加えて酸性とし，水 200 mL を加え，沸騰するまで加熱し，熱塩化バリウム試液を滴加し，沈殿が生じなくなったとき，水浴上で 1 時間加熱する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，乾燥し，恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

イオウ（S）の量（mg）
　＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.13739

貯 法 容　器　密閉容器．

イオウ・カンフルローション
Sulfur and Camphor Lotion

製　法

イ　オ　ウ	60　g
d−又は *dl*−カンフル	5　g
ヒドロキシプロピルセルロース	4　g
水酸化カルシウム	1　g
エタノール	4 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

「ヒドロキシプロピルセルロース」に「常水」又は「精製水」200 mL を加えて溶かし，これをあらかじめ「*d*−カンフル」又は「*dl*−カンフル」を「エタノール」に溶かした後，「イオウ」を加えて研和したものに少量ずつ加えて研和する．別に「水酸化カルシウム」に「常水」又は「精製水」500 mL を加え，密栓して振り混ぜた後，静置し，この上澄液 300 mL を前の混合物に加え，更に「常水」又は「精製水」を加えて全量を 1000 mL とし，振り混ぜて製する．

性　状　本品は淡黄色の懸濁液である．

本品は放置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験

（1）　本品をよく振り混ぜ，その 5 mL に水 25 mL を加え，遠心分離する〔上澄液は（3）の試験に用いる〕．沈殿 0.02 g にピリジン 2 mL，炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加え，煮沸するとき，液は青色を呈する（イオウ）．

（2）　本品をよく振り混ぜ，その 10 mL にジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．脱脂綿をジエチルエーテル少量で洗い，洗液はジエチルエーテル液に合わせ，水浴上で注意しながらジエチルエーテルを留去する．残留物をメタノール 1 mL に溶かし，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加え，水浴上で約 2 分間加熱する．冷後，水を加えて約 5 mL とし，放置した後，生成した沈殿をガラスろ過器（G4）でろ過する．ろ過器上の残留物を洗液が無色となるまで水洗し，エタノール（95）10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，2 分間放置するとき，液は赤色を呈する（*d*−又は *dl*−カンフル）．

（3）（1）で得た上澄液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2）及び（3）を呈する．

貯 法 容　器　気密容器．

イオウ・サリチル酸・チアントール軟膏

Sulfur, Salicylic Acid and Thianthol Ointment

製　法

イ　オ　ウ	100	g
サリチル酸，細末	30	g
チアントール	100	mL
酸化亜鉛，微末	100	g
単軟膏又は適当な軟膏基剤	適	量
全　　量	1000	g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色である．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に水 10 mL を加え，加熱しながらよくかき混ぜ，冷後，ろ過する．ろ液 1 mL に硝酸鉄（Ⅲ）試液 5 mL を加えるとき，液は紫色を呈する（サリチル酸）．

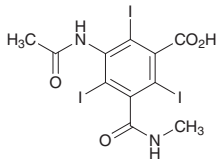
（2）　本品 1 g にジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜる．上澄液及び浮遊物を除き，残留物をジエチルエーテル 10 mL で洗った後，ジエチルエーテルを吸引により除く．残留物にピリジン 2 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 0.2 mL を加えて煮沸するとき，液は淡青色～青色を呈する（イオウ）．

（3）　本品 1 g にエタノール（95）15 mL を加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜた後，冷後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸及びチアントール 0.01 g ずつをそれぞれエタノール（95）5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯　法　容　　器　気密容器．

イオタラム酸

Iotalamic Acid



$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91

3-Acetylamino-2, 4, 6-triiodo-5-(methylaminocarbonyl)benzoic acid　［*2276-90-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品 0.50 g をとり，水 15 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，直ちに 1 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて穏やかに振り混ぜる．正確に 2 分間放置した後，アミド硫酸アンモニウム試液 8 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜる．次に 1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）3 滴を加えて 1 分間放置し，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3.5 mL を加え，混和した後，直ちに水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により 20 分以内に試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.25 以下である．

（3）　可溶性ハロゲン化物　本品 0.5 g を薄めたアンモニア試液（1 → 40）20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，ろ液をネスラー管にとる．残留物を水 20 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に薄めたアンモニア試液（1 → 40）20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（4）　ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無

色である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.46 mg $C_{11}H_9I_3N_2O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

イオタラム酸ナトリウム注射液

Sodium Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製 法

（1）

イオタラム酸	645 g
水酸化ナトリウム	42 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

（2）

イオタラム酸	772.5 g
水酸化ナトリウム	50.5 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上（1）又は（2）をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験（2）を準用する．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 6.5 ～ 7.7

純度試験

（1） 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 15 mL を加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，以下「イオタラム酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.17 以下である．

（2） ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5 g に対応する容量をとり，水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.25 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 2.0 mL に水 20 mL を加え，更に希硫酸 5 mL，トルエン 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜる．

エンドトキシン〈4.01〉 3.4 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，更に水を加え，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イオタラム酸の秤取量（mg）

内標準溶液 L−トリプトファンの移動相溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 3.9 g 及びトリエチルアミン 2.8 mL を水に混和し，2000 mL とする．この液にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標

準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオタラム酸メグルミン注射液

Meglumine Iotalamate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$：613.91）を含む．

製　法

（1）

イオタラム酸	227.59 g
メグルミン	72.41 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

（2）

イオタラム酸	455 g
メグルミン	145 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上（1）又は（2）をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1 g に対応する容量をとり，水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 4 時間乾燥する．このものにつき，「イオタラム酸」の確認試験（2）を準用する．

旋 光 度〈2.49〉

製法（1）によるもの〔α〕$^{20}_{D}$：－1.67 ～ －1.93°（100 mm）．

製法（2）によるもの〔α〕$^{20}_{D}$：－3.35 ～ －3.86°（100 mm）．

pH〈2.54〉　6.5 ～ 7.7

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品の表示量に従い「イオタラム酸」0.20 g に対応する容量をとり，水 15 mL を加えて振り混ぜ，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL を加え，以下「イオタラム酸」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.17 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品の表示量に従い「イオタラム酸」1.5 g に対応する容量をとり，水 20 mL 及び希硫酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ過する．ろ液にトルエン 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は無色である．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，トルエン層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.25 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 2.0 mL に水 20 mL を加え，更に希硫酸 5 mL，トルエン 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて激しく振り混ぜる．

エンドトキシン〈4.01〉　0.90 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のイオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イオタラム酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，更に水を加え，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イオタラム酸（$C_{11}H_9I_3N_2O_4$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イオタラム酸の秤取量（mg）

内標準溶液　L-トリプトファンの移動相溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 3.9 g 及びトリエチルアミン 2.8 mL を水に溶かし，2000 mL とする．この液にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：イオタラム酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イオタラム酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイオタラム酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

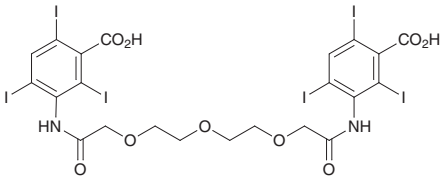
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イオトロクス酸

Iotroxic Acid



$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$：1215.81

3,3′-(3,6,9-Trioxaundecanedioyl)diiminobis(2,4,6-triiodobenzoic acid) ［*51022-74-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イオトロクス酸（$C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2）　本品をメタノールに溶かした後，減圧下でメタノールを蒸発し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 5）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.22 以下である．

（3）　ヨウ素　本品 0.20 g を炭酸水素ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，トルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である．

（4）　遊離ヨウ素イオン　本品約 5 g を精密に量り，メグルミン溶液（3 → 20）12 mL に溶かし，水を加えて 70 mL とし，酢酸（100）を加えて pH を約 4.5 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 2 mL を加え，0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 0.1269 mg I

脱水物に換算した本品に対するヨウ素イオンの量（%）を求めるとき，0.004 % 以下である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱し，以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.15 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/アセトン/ギ酸混液（6：4：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 ～ 2.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.26 mg $C_{22}H_{18}I_6N_2O_9$

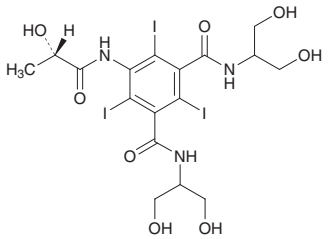
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イオパミドール

Iopamidol



$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$：777.09

N,*N*′-Bis[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl]-5-[(2*S*)-2-hydroxypropanoylamino]-2,4,6-triiodoisophthalamide ［*62883-00-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イオパミドール（$C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.05 g に塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱した液は，芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{436}$：−4.6 ～ −5.2°（乾燥後，4 g，水，加温，冷後，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 芳香族第一アミン 本品 0.60 g をとり，水 8 mL に溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 50）1 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 10）1 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，ナフチルエチレンジアミン試液 1 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 495 nm における吸光度は 0.12 以下である（0.020 % 以下）．

（3） ヨウ素 本品 2.0 g を水 25 mL に溶かし，1 mol/L 硫酸 5 mL 及びトルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ，放置するとき，トルエン層は無色である．

（4） 遊離ヨウ素イオン 本品約 5 g を精密に量り，水 70 mL に溶かし，希酢酸を加えて pH 約 4.5 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 2 mL を加え，0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ヨウ素イオンの量（%）を求めるとき，0.001 % 以下である．

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 0.1269 mg I

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，硫酸少量を加えて潤し，徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化後，一たん放冷し，更に硫酸少量で潤して徐々に加熱し，白煙が生じなくなった後，450 ～ 550 ℃ で強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド 10 mg をとり，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイオパミドール以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液の *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液の *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水

移動相 B：水/メタノール混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 6	92	8
6 ～ 18	92 → 65	8 → 35
18 ～ 30	65 → 8	35 → 92
30 ～ 34	8	92

流量：毎分 1.5 mL になるように調整する．

面積測定範囲：イオパミドールの保持時間の約 4.3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 1 mL 及び *N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド 10 mg を水に溶かし，100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミド，イオパミドールの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*,*N*′−ビス[2−ヒドロキシ−1−(ヒドロキシメチル)エチル]−5−ヒドロキシアセチルアミノ−2,4,6−トリヨードイソフタルアミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 25.90 mg $C_{17}H_{22}I_3N_3O_8$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

イクタモール
Ichthammol

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アンモニア（NH_3：17.03）2.5 % 以上，硫酸アンモニウム〔$(NH_4)_2SO_4$：132.14〕8.0 % 以下及び総イオウ〔(S：32.07) として〕10.0 % 以上を含む．

性　状　本品は赤褐色～黒褐色の粘稠性のある液で，特異なにおいがある．

本品は水と混和する．

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルに一部溶ける．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 10）4 mL に塩酸 8 mL を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．氷冷して析出物を固まらせた後，傾斜して水層を除く．残留する析出物はジエチルエーテルで洗うとき一部溶けるが，洗液がほとんど着色しなくなるまで洗っても溶けない．この残留物につき，次の試験を行う．

（i）　残留物 0.1 g にエタノール（95)/ジエチルエーテル混液（1：1）1 mL を加えるとき溶ける．

（ii）　残留物 0.1 g に水 2 mL を加えるとき溶ける．この液 1 mL に塩酸 0.4 mL を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．

（iii）（ii）の水溶液 1 mL に塩化ナトリウム 0.3 g を加えるとき，黄褐色～黒褐色の油状又は樹脂よう物質を析出する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

乾燥減量〈*2.41*〉　50 % 以下（0.5 g，105℃，6 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）　アンモニア　本品約 5 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，水 60 mL，1-オクタノール 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）4.5 mL を加え，しぶき止めの付いた蒸留管及び冷却器を付ける．受器には正確に 0.25 mol/L 硫酸 30 mL を加え，これに冷却器の下端を浸し，徐々に蒸留して留分約 50 mL をとり，過量の硫酸を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.25 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 8.515 mg NH_3

（2）　硫酸アンモニウム　本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）25 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，エタノール（95)/ジエチルエーテル混液（1：1）で洗い，洗液が無色澄明となったとき，残留物及びろ紙を空気中で乾燥する．残留物を塩酸でわずかに酸性とした温湯 200 mL に溶かし，ろ過し，ろ液を煮沸し，塩化バリウム試液 30 mL を徐々に加え，水浴上で 30 分間加熱してろ過する．沈殿を水で洗い，乾燥し，更に恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

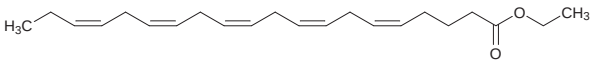
硫酸アンモニウム〔$(NH_4)_2SO_4$〕の量（mg）
＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.5662

（3）　総イオウ　本品約 0.6 g を精密に量り，200 mL のケルダールフラスコに入れ，水 30 mL 及び塩素酸カリウム 5 g を加えた後，硝酸 30 mL を徐々に加え，液が 5 mL になるまで加熱し，塩酸 25 mL を用いて 300 mL のビーカーに洗い込み，加熱して 5 mL とする．これに水 100 mL を加え，煮沸してろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，煮沸し，塩化バリウム試液 30 mL を徐々に加え，水浴上で 30 分間加熱する．沈澱をろ取し，水で洗い，乾燥し，恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量とする．

総イオウ（S）の量（mg）
＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.13739

貯　法　容　　器　気密容器．

イコサペント酸エチル
Ethyl Icosapentate



$C_{22}H_{34}O_2$：330.50
Ethyl(5*Z*,8*Z*,11*Z*,14*Z*,17*Z*)-icosa-5,8,11,14,17-pentaenoate
［*86227-47-6*］

本品は定量するとき，イコサペント酸エチル（$C_{22}H_{34}O_2$）96.5 ～ 101.0 % を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性　状　本品は無色～微黄色の澄明な液で，わずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（99.5），酢酸（100），ヘキサンと混和する．

本品は水又はエチレングリコールにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 20 mg に水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21 → 100）3 mL を加え，窒素を送入した後，密栓し，180 ℃ で 15 分間加熱する．冷後，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 4 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき，水酸化カリウムのエチレングリコール溶液（21 → 100）3 mL を同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイコサペント酸エチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.481 ～ 1.491

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.905 ～ 0.915

酸　価〈1.13〉 0.5 以下.

けん化価〈1.13〉 165 ～ 175

ヨウ素価〈1.13〉 365 ～ 395 ただし，本品 20 mg をとり，試験を行う.

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をエタノール（99.5）に混和し，希酢酸 2 mL 及びエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする．これを検液として試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（3） 類縁物質　本品 0.40 g にヘキサンを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1.5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約 0.53 のピーク面積は 0.5 % 以下，イコサペント酸エチルに対する相対保持時間約 0.80 及び約 0.93 のピーク面積はそれぞれ 1.0 % 以下で，主ピーク及び上記以外のピークの面積はそれぞれ 1.0 % 以下である．また，主ピーク以外のピークの合計面積は 3.5 % 以下である.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイコサペント酸エチルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする．この液 1.5 μL から得たイコサペント酸エチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のイコサペント酸エチルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1.5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イコサペント酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である.

（4） 過酸化物　本品約 1 g を精密に量り，200 mL の共栓付き三角フラスコにとり，酢酸（100）/クロロホルム混液（3：2）25 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に飽和ヨウ化カリウム試液 1 mL を加え，直ちに密栓し，ゆるく振り混ぜた後，暗所に 10 分間放置する．次に水 30 mL を加え，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜた後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点はデンプン試液 1 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，2 meq/kg 以下である.

過酸化物の量（meq/kg）＝（V / W）× 10

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

W：本品の秤取量（g）

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，ヘキサンを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて試料溶液とする．別にイコサペント酸エチル標準品約 80 mg を精密に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

イコサペント酸エチル（$C_{22}H_{34}O_{22}$）の量（mg）

＝ W_S ×（Q_T / Q_S）× 5

W_S：イコサペント酸エチル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ドコサン酸メチルのヘキサン溶液（1 → 125）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4 mm，長さ 1.8 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 175 ～ 246 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 25 % の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度：190 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イコサペント酸エチルの保持時間が約 30 分となるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，イコサペント酸エチルの順に流出し，その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法

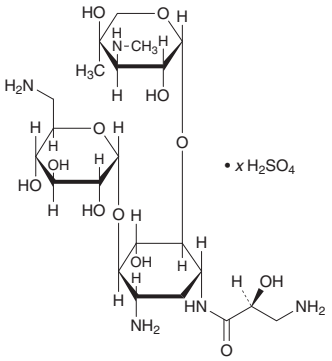
保存条件　全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する.

容　　器　気密容器.

イセパマイシン硫酸塩

Isepamicin Sulfate

硫酸イセパマイシン



$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$・xH_2SO_4

6-Amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-1-*N*-[(2*S*)-3-amino-2-hydroxypropanoyl]-D-streptamine sulfate ［*67814-76-0*］

本品は，*Micromonospora purpurea* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物ゲンタマイシン B の誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 680 ～ 780 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，イセパマイシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$：569.60）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(95) にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，アントロン試液 3 mL を加え，振り混ぜて放置するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水 (28)/エタノール (99.5)/1-ブタノール/クロロホルム混液（5：5：4：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，約 100 ℃ で約 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品 0.01 g を水 1 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：＋100 ～ ＋120°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　定量法で得た試料溶液 5 μL につき，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，イセパマイシンに対する保持時間の比が約 0.4 のハパゲンタミン B は 5.0 % 以下であり，イセパマイシンに対する保持時間の比が約 1.3 のゲンタマイシン B は 3.0 % 以下である．ただし，ゲンタマイシン B のピーク面積は感度係数 1.11 を乗じて補正する．

試験条件

装置，検出器，カラム，カラム温度，反応コイル，移動相，反応試薬，反応温度，移動相流量及び反応試液流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たイセパマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 5 μL から得たイセパマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

水　分〈*2.48*〉　12.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びイセパマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイセパマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

イセパマイシン（$C_{22}H_{43}N_5O_{12}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イセパマイシン硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光検出器（励起波長：360 nm，測定波長：440 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 5 m の管

移動相：無水硫酸ナトリウム 28.41 g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 5.23 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）1 mL を加えた後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

反応試薬：*o*-フタルアルデヒド 0.4 g をエタノール（95）5 mL に溶かした液，2-メルカプトエタノール 1 mL 及びラウロマクロゴール溶液（1 → 4）2 mL を pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 500 mL に加える．

反応温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：毎分約 0.6 mL

反応試薬流量：毎分約 0.5 mL

システム適合性

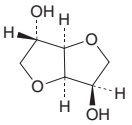
システムの性能：ゲンタマイシン B 2 mg を標準溶液 10 mL に溶かし，この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，イセパマイシン，ゲンタマイシン B の順に溶出し，その分離度は 1.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，イセパマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

イソソルビド

Isosorbide



$C_6H_{10}O_4$：146.14

1,4：3,6-Dianhydro-D-glucitol ［*652-67-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソソルビド（$C_6H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に薄めた硫酸（1 → 2）6 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液（1 → 30）1 mL を加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 10 mL を加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2）　本品 2 g にピリジン 30 mL 及び塩化ベンゾイル 4 mL を加え，還流冷却器を付け，50 分間煮沸した後，冷却し，この液を 100 mL の冷水中に徐々に流し込む．生じた沈殿をガラスろ過器（G3）を用いてろ取し，水で洗い，エタノール（95）から 2 回再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で，4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 102 ～ 103 ℃ である．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+45.0 ～ +46.0°（脱水物に換算したもの 5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 25 g をネスラー管にとり，水に溶かして 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（95）/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにエタノール（95）/硫酸混液（9：1）を均等に噴霧し，150 ℃ で 30 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

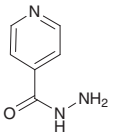
強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品の換算した脱水物約 10 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

イソソルビド（$C_6H_{10}O_4$）の量（g）＝ $\alpha_D \times 2.1978$

貯　法　容　　器　気密容器．

イソニアジド
Isoniazid



$C_6H_7N_3O$：137.14
Pyridine-4-carbohydrazide ［*54-85-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品約 20 mg を水に溶かし，200 mL とする．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である．

融　点〈*2.60*〉　170 ～ 173 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（4）　ヒドラジン　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，サリチルアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 20）0.1 mL を加え，速やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL 及び無水酢酸 10 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 13.71 mg $C_6H_7N_3O$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

イソニアジド錠
Isoniazid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイソニアジド（$C_6H_7N_3O$：137.14）を含む．

製　法　本品は「イソニアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「イソニアジド」0.02 g に対応する量をとり，水 200 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 267 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 75 % 以上である．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (90 / C)$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）
C　：1 錠中のイソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，水を加えて正確に 200 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイソニアジドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．別にリン酸 5.76 g を水に溶かし 1000 mL とする．これらの液を混和して pH 2.5 に調整する．この液 400 mL にメタノール 600 mL を加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム 2.86 g を加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニアジド及びイソニコチン酸 5 mg ずつを移動相 100 mL に溶かした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸，イソニアジドの順で溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イソニアジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イソニアジド注射液

Isoniazid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するイソニアジド（$C_6H_7N_3O$：137.14）を含む．

製　法　本品は「イソニアジド」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：6.5 ～ 7.5

確認試験　本品の表示量に従い「イソニアジド」20 mg に対応する容量をとり，水を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のイソニアジド（$C_6H_7N_3O$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用イソニアジドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イソニアジド（$C_6H_7N_3O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用イソニアジドの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし，1000 mL とする．別にリン酸 5.76 g を水に溶かし 1000 mL とする．これらの液を混和して pH 2.5 に調整する．この液 500 mL にメタノール 500 mL を加え，更にトリデカンスルホン酸ナトリウム 2.86 g を加えて溶かす．

流量：イソニアジドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイソニアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.3 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

イソフェンインスリン水性懸濁注射液

Isophane Insulin Injection（Aqueous Suspension）

イソフェンインシュリン水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.01 ～ 0.04 mg を含む．

本品の製法において「塩化ナトリウム」を用いたときは，これを表示する．

製　法　本品は「インスリン」及び「プロタミン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g，「濃グリセリン」

1.4 ～ 1.8 g,「クレゾール」0.15 ～ 0.17 g 及び「フェノール」0.06 ～ 0.07 g 又は「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g,「塩化ナトリウム」0.42 ～ 0.45 g,「濃グリセリン」0.7 ～ 0.9 g 及び「クレゾール」0.18 ～ 0.22 g を含むように加える.

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる.

本品は鏡検するとき，沈殿物のほとんどが，長径 5 ～ 30 μm の小長方形の結晶で，無晶形物質又は大きい凝集物を認めない.

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる.

pH〈*2.54*〉　7.0 ～ 7.4

純度試験

（1）　たん白質　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.85 mg を超えない.

（2）　イソフェン状態

（i）　緩衝液 A　無水リン酸水素二ナトリウム 2.0 g，グリセリン 16 g，*m*-クレゾール 1.6 g 及びフェノール 0.65 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする.

（ii）　緩衝液 B　無水リン酸水素二ナトリウム 2.0 g，塩化ナトリウム 4.35 g，グリセリン 8.0 g，及び *m*-クレゾール 2.0 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする.

（iii）　インスリン溶液　インスリン標準品 1000 単位を正確に量り，薄めた塩酸（1 → 360）1.5 mL に溶かし，緩衝液 A 5.0 mL 及び水を加えて 20 mL とする．この液を希塩酸又は水酸化ナトリウム試液で pH 7.2 に調整する．この液は澄明である．次に水を加えて正確に 25 mL とする．この液は澄明で pH 7.1 ～ 7.4 である．ただし，「塩化ナトリウム」を用いたと表示してあるときは，緩衝液 A の代わりに緩衝液 B 5.0 mL を用いる.

（iv）　プロタミン溶液　プロタミン硫酸塩標準品 50 mg を正確に量り，緩衝液 A 2 mL 及び水を加えて溶かし 8 mL とする．この液を希塩酸又は水酸化ナトリウム試液で pH 7.2 に調整した後，水を加えて正確に 10 mL とする．この液は澄明で pH 7.1 ～ 7.4 である．ただし「塩化ナトリウム」を用いたと表示してあるときは，緩衝液 A の代わりに緩衝液 B 2 mL を用いる.

（v）　操作法　本品 1 mL 中に 40 単位を含むときは，本品を遠心分離し，上澄液 10 mL ずつを 2 個の試験管 A 及び B に正確に量り，A にはインスリン溶液 1 mL を正確に加え，B にはプロタミン溶液 1 mL を正確に加える．A 及び B をよく振り混ぜ，10 分間放置した後，光度計又は濁度計を用いて濁度を測定するとき，B の濁度は A の濁度より大きくない．ただし，本品 1 mL 中に 80 単位を含むときは，上澄液 5 mL ずつを正確に量って同様に操作する.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する.

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする.

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする.

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする.

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い約 400 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，必要ならば，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める.

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

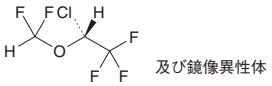
貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する.
容　　器　密封容器.

有効期限　製造後 24 箇月.

イソフルラン

Isoflurane



$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)-2-Chloro-2-(difluoromethoxy)-1,1,1-trifluoroethane

[*26675-46-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イソフルラン（$C_3H_2ClF_5O$）99.0 ～ 101.0 % を含む.

性　状　本品は無色透明の流動性の液である.

本品はエタノール（99.5），メタノール又は *o*-キシレンと混和する.

本品は水に溶けにくい.

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

屈折率　n_D^{20}：約 1.30

沸点：47 ～ 50 ℃

確認試験

（1） 本品 50 μL をとり，水 40 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイソフルラン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.500 ～ 1.520

純度試験

（1） 液性　本品 10 mL に新たに煮沸して冷却した水 5 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，分取した水層は中性である．

（2） 可溶性塩化物　本品 60 g をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．その 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（3 ppm 以下）．

（3） 可溶性フッ化物　本品 6 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）12 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）層 4.0 mL をとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）30 mL を加え，水を加えて 50 mL とした後 60 分間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準溶液 0.4 mL 及び薄めた 0.01 mol/L　水酸化ナトリウム試液（1 → 20）4.0 mL をとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）30 mL を加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）4.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（2 ppm 以下）．

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム 2.21 g を正確に量り，水を加えて溶かして正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 1 mL はフッ素（F）0.01 mg を含む．

（4） 類縁物質　本品を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，*o*-キシレンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*o*-キシレンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイソフルラン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のイソフルラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のイソフルランのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，キャリヤーガス及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イソフルランの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，*o*-キシレンを加えて正確に 2 mL とする．この液 5 μL から得たイソフルランのピーク面積が，標準溶液 5 μL から得たイソフルランのピーク面積の 35 ～ 65 % になることを確認する．

（5） 過酸化物　本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて激しく振り混ぜ，暗所に 1 時間放置するとき，水層は黄色を呈しない．

（6） 蒸発残留物　本品 65 mL を正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水　分〈2.48〉　0.1 % 以下（2 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びイソフルラン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準物質として酢酸エチル 3 mL を正確に加えた後，o-キシレンを加えて 50 mL とする．これらの液 5 mL ずつをとり，o-キシレンを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイソフルランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

本品 5 mL 中のイソフルラン（$C_3H_2ClF_5O$）の量（mg）

$= V_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000 \times 1.506$

V_S：脱水物に換算したイソフルラン標準品の秤取量（mL）

1.506：イソフルランの比重（d_{20}^{20}）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3.5 m のステンレス管に，125 ～ 149 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土にガスクロマトグラフィー用ノニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノールを 10 %，ガスクロマトグラフィー用ポリアルキレングリコールを 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：イソフルランの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イソフルランのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

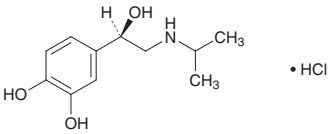
容　　器　気密容器．

l−イソプレナリン塩酸塩

l−Isoprenaline Hydrochloride

l−塩酸イソプレナリン

l−塩酸イソプロテレノール



$C_{11}H_{17}NO_3$・HCl：247.72

4−{(1*R*)−1−Hydroxy−2−[(1−methylethyl)amino]ethyl}benzene−1,2−diol monohydrochloride　［*51−30−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*l*−イソプレナリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100），無水酢酸，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃緑色を呈し，放置するとき，黄緑色を経て褐色に変わる．

（2）　本品 1 mg ずつを試験管 A 及び B にとり，それぞれを水 1 mL ずつに溶かし，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2 mL ずつを加えるとき，A は赤色を呈し，B は濃赤色を呈する．

（3）　本品 0.01 g を水 1 mL に溶かし，リンタングステン酸試液 1 mL を加えるとき，淡褐色の沈殿を生じる．

（4）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−36 ～ −41°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.192 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　イソプロテレノン　本品 50 mg をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.040 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（3：2）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.77 mg $C_{11}H_{17}NO_3$・HCl

貯　法

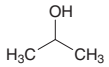
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イソプロパノール

Isopropanol

イソプロピルアルコール



C_3H_8O：60.10

Propan−2−ol　［*67−63−0*］

性　状　本品は無色澄明の液で，特異なにおいがある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は燃えやすく，揮発性である．

確認試験

（1）　本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品 5 mL に二クロム酸カリウム試液 20 mL 及び硫酸 5 mL を注意して加え，水浴中で穏やかに加熱するとき，アセトン臭を発し，発生するガスは，サリチルアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 10）及び水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）で潤したろ紙を赤褐色に変える．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：0.785 ～ 0.788

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 mL に水 8 mL を加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品 15.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，これに

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3） 蒸発残留物 本品 20.0 mL を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水 分〈*2.48*〉 0.75 w/v% 以下（2 mL，容量滴定法，直接滴定）．

蒸留試験〈*2.57*〉 81 ～ 83 ℃，94 vol% 以上．

貯 法

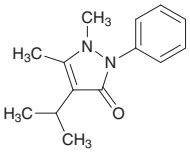
保存条件 火気を避けて保存する．

容 器 気密容器．

イソプロピルアンチピリン

Isopropylantipyrine

プロピフェナゾン



$C_{14}H_{18}N_2O$：230.31

1,5-Dimethyl-4-(1-methylethyl)-2-phenyl-1,2-dihydro-3*H*-pyrazol-3-one ［*479-92-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イソプロピルアンチピリン（$C_{14}H_{18}N_2O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤色を呈し，更にこの液に硫酸 3 滴を加えるとき，微黄色に変わる．

（2） ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加え，これに本品の水溶液（1 → 500）5 mL を加えるとき，液は徐々に暗緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

融 点〈*2.60*〉 103 ～ 105 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を希エタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL，希エタノール 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.014 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g を希エタノール 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL，希エタノール 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，アセトン 25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） アンチピリン 本品 1.0 g を希エタノール 10 mL に溶かし，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

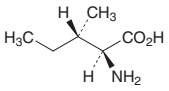
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（2：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 23.03 mg $C_{14}H_{18}N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

L-イソロイシン

L-Isoleucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*,3*S*)-2-Amino-3-methylpentanoic acid ［*73-32-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-イソロイシン（$C_6H_{13}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋39.5 ～ ＋41.5°（乾燥後，1 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 %

以下).

(4) アンモニウム〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下).

(5) 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下).

(6) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(7) 類縁物質 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3：1：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.13 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸 (100) 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

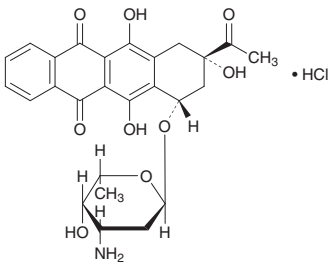
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.12 mg $C_6H_{13}NO_2$

貯 法 容 器 気密容器.

イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride

塩酸イダルビシン



$C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$：533.95

(2*S*, 4*S*)-2-Acetyl-4-(3-amino-2, 3, 6-trideoxy-α-L-*lyxo*-hexopyranosyloxy)-2, 5, 12-trihydroxy-1, 2, 3, 4-tetrahydrotetracene-6, 11-dione monohydrochloride [*57852-57-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1030 μg (力価) を含む．ただし，本品の力価は，イダルビシン塩酸塩 ($C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$) としての量を質量 (力価) で示す.

性 状 本品は黄赤色の粉末である.

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール (95) に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイダルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとイダルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 本品 2 mg を水 3 mL に溶かし，希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき，液は白濁する.

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$ (482 nm)：204 ～ 210 (脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，1000 mL).

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：+191 ～ +197° (脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，20 mL，100 mm).

pH〈*2.54*〉 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～6.5 である.

純度試験

(1) 溶状 別に規定する.

(2) 重金属 別に規定する.

(3) 類縁物質 別に規定する.

(4) 残留溶媒 別に規定する.

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下 (0.1 g，電量滴定法).

強熱残分 別に規定する.

エンドトキシン〈*4.01*〉 8.9 EU/mg (力価) 未満.

定 量 法 本品及びイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれをラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイダルビシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

イダルビシン塩酸塩 ($C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$) の量 [μg(力価)]

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 3.9 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10.2 g に水を加えて溶

かし，リン酸 1 mL 及び水を加えて 750 mL とした液にテトラヒドロフラン 250 mL を加える．この液 500 mL にラウリル硫酸ナトリウム 0.72 g 及び *N*, *N*−ジメチル−*n*−オクチルアミン 0.5 mL を加えた後，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 4 に調整する．

流量：イダルビシンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，イダルビシンのピークの理論段数は，3000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イダルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

注射用イダルビシン塩酸塩

Idarubicin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸イダルビシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するイダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl：533.95）を含む．

製 法 本品は，「イダルビシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は黄赤色の塊である．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」1 mg（力価）に対応する量をとり，水 1 mL に溶かし，メタノールを加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 254 nm，285 ～ 289 nm，480 ～ 484 nm 及び 510 ～ 520 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かすとき，液は黄赤色澄明である．

水 分〈*2.48*〉 本品 1 個の質量を精密に量り，次いでシリンジを用いて水分測定用メタノール 5 mL を加え，よく振り混ぜて内容物を溶かした後，その 4 mL を量り，容量滴定法の直接滴定により試験を行う．ただし，空試験には水分測定用メタノール 4 mL を用い，また，内容物の質量は，先のバイアル及びゴム栓を水，次いでエタノール（95）で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥後デシケーター中に移し室温になるまで放置した後，質量を精密に量り，先の本品の質量との差から求める（4.0 % 以下）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 8.9 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にイダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）0.2 mg（力価）を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相を加えて正確に *V*mL とし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

イダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

不溶性異物〈*6.06*〉 第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無 菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「イダルビシン塩酸塩」約 5 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にイダルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「イダルビシン塩酸塩」の定量法を準用する．

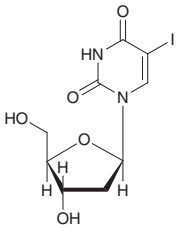
イダルビシン塩酸塩（$C_{26}H_{27}NO_9$・HCl）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2)$

W_S：イダルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

貯 法 容 器 密封容器．

イドクスウリジン

Idoxuridine



$C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10

5−Iodo−2′−deoxyuridine ［*54−42−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 176 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 5 mL を加え，加温して溶かした後，ジフェニルアミン・酢酸試液 5 mL を加えて 5 分間加熱するとき，液は青色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品 2 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイドクスウリジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+28 ～ +31°（乾燥後，0.2 g，水酸化ナトリウム試液，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 200）5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，希エタノール/アンモニア水（28）混液（99：1）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 50 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/薄めた 2-プロパノール（2 → 3）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に展開の方法を直角に変え，同様に操作して二次展開を行い，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

（4） ヨウ素及びヨウ化物 本品 0.10 g に水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かした後，直ちに氷冷しながら希硫酸 5 mL を加え，時々振り混ぜ 10 分間放置した後，ろ過する．ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム 10 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）3 滴を加え，30 秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない

比較液：ヨウ化カリウム 0.111 g を正確に量り，水に溶かし，1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水 19 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，振り混ぜた後にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，N,N-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー・N,N-ジメチルホルムアミド試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 35.41 mg $C_9H_{11}IN_2O_5$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

イドクスウリジン点眼液

Idoxuridine Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するイドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$：354.10）を含む．

製法 本品は「イドクスウリジン」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5 mg に対応する容量をとり，ジフェニルアミン・酢酸試液 5 mL を加えて 20 分間加熱するとき，液は淡青色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」5 mg に対応する容量を磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加え，徐々に加熱して蒸発乾固した後，残留物が灰化するまで強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，塩酸を加えて酸性とし，亜硝酸ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄褐色を呈し，これにデンプン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（3） 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」2 mg に対応する容量をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 281 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉 4.5 ～ 7.0

純度試験 5-ヨードウラシル及び 2′-デオキシウリジン 本品の表示量に従い「イドクスウリジン」4.0 mg に対応する容量をとり，水を加えて正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用 5-ヨードウラシル 12.0 mg 及び液体クロマトグラフィー用 2′-デオキシウリジン 4.0 mg を とり，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の 5-ヨードウラシル及び 2′-デオキシウリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液の 5-ヨードウラシル及び 2′-デオキシウリジンのピーク面積はそれぞれ標準溶液の 5-ヨードウラシル及び 2′-デオキシウリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（24：1）

流量：2′−デオキシウリジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，2′−デオキシウリジン，5−ヨードウラシルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，2′−デオキシウリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法 本品のイドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にイドクスウリジン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

イドクスウリジン（$C_9H_{11}IN_2O_5$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3 / 10)$

W_S：イドクスウリジン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 スルファチアゾールの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（87：13）

流量：イドクスウリジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イドクスウリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイドクスウリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

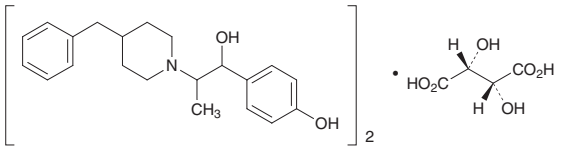
保存条件 遮光して，凍結を避け，冷所に保存する．

容 器 気密容器．

イフェンプロジル酒石酸塩

Ifenprodil Tartrate

酒石酸イフェンプロジル



$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$：800.98

(1*RS*,2*SR*)−4−[2−(4−Benzylpiperidin−1−yl)−1−hydroxypropyl]phenol hemi−(2*R*,3*R*)−tartrate

[*23210−58−4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，イフェンプロジル酒石酸塩［$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$］98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

旋光度 〔α〕$_D^{20}$：+11 ～ +15°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

融点：約 148 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.4 g に水 40 mL を加え，加温して溶かす．冷後，この液にアンモニア試液 0.5 mL を加え，クロロホルム 40 mL ずつで 2 回抽出し，水層を分取する．水層 30 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を水 6 mL に溶かした液は，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.30 g を薄めたエタノール（3 → 4）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 4）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル/ヘキサン/1−ブタノール/アンモニア水（28）混液（140：40：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃く

ない．

水　分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 40.05 mg $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$

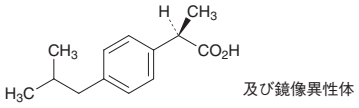
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

イブプロフェン

Ibuprofen



$C_{13}H_{18}O_2$：206.28

(2*RS*)−2−[4−(2−Methylpropyl)phenyl]propanoic acid

[*15687−27−1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イブプロフェン（$C_{13}H_{18}O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 15 mg を希水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 75 ～ 77 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 3.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.50 g をとり，アセトン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 20.63 mg $C_{13}H_{18}O_2$

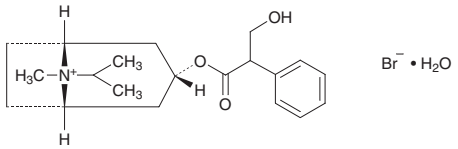
貯　法　容　　器　密閉容器．

イプラトロピウム臭化物水和物

Ipratropium Bromide Hydrate

イプラトロピウム臭化物

臭化イプラトロピウム



$C_{20}H_{30}BrNO_3 \cdot H_2O$：430.38

(1*R*,3*r*,5*S*)−3−[(2*RS*)−3−Hydroxy−2−phenylpropanoyloxy]−8−methyl−8−(1−methylethyl)−8−azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide monohydrate [*66985−17−9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，イプラトロピウム臭化物（$C_{20}H_{30}BrNO_3$：412.36）99.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，アセトニトリル又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

融点：約 223 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1） 本品 5 mg に発煙硝酸 0.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物をアセトン 5 mL に溶かし，水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同

一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（1 ppm 以下）．

（5） 臭化イソプロピルアトロピン 本品 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 25 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．イプラトロピウムのピーク面積 A_a 及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.01 以下である．また，溶媒のピークの後から保持時間約 14 分の間に，イプラトロピウムのピーク及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク以外にピークを認めない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 10 ～ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：薄めたリン酸（1 → 200）/アセトニトリル/メタンスルホン酸混液（1000：120：1）

流量：イプラトロピウムの保持時間が約 7 分になるように調整する．

カラムの選定：本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100）を 100 ℃ で 1 時間加熱する．冷後，この液 2.5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，イプラトロピウムのピークとイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 0.6 のピークの分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液 25 μL から得たイプラトロピウムのピークが，フルスケールの 50 ～ 80 % になるように調整する．

（6） アポ化合物 本品 0.14 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．波長 246 nm 及び 263 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき，A_1/A_2 は 0.91 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 3.9 ～ 4.4 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，1,4-ジオキサン 40 mL 及び硝酸ビスマス試液 2.5 mL を加え 0.10 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

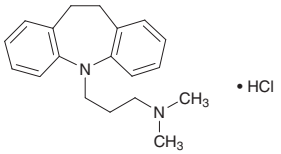
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.24 mg $C_{20}H_{30}BrNO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

イミプラミン塩酸塩

Imipramine Hydrochloride

塩酸イミプラミン



$C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$：316.87

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride ［*113-52-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硝酸 2 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミプラミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 1 mL を加えて 5 分間放置した後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 170 ～ 174 ℃（分解）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL，硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.4 mL 及び薄めた塩酸（1 → 40）6.2 mL をそれぞれ正確に量り，混和する．この液 0.5 mL を正確に量り，水 9.5 mL を正確に加え，混和する．

（2） イミノジベンジル 本品 50 mg を 25 mL の褐色の

メスフラスコにとり，塩酸/エタノール（95）混液（1：1）10 mL を加えて溶かし，氷水中で冷却しながら，フルフラールのエタノール（95）溶液（1 → 250）5 mL 及び塩酸 5 mL を加え，25 ℃ で 3 時間放置する．次に塩酸/エタノール（95）混液（1：1）を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 565 nm における吸光度は 0.16 以下である．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/塩酸/水混液（11：7：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 20 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メタニルイエロー試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 31.69 mg $C_{19}H_{24}N_2$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

イミプラミン塩酸塩錠

Imipramine Hydrochloride Tablets

塩酸イミプラミン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl：316.87）を含む．

製　法　本品は「イミプラミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「イミプラミン塩酸塩」0.25 g に対応する量をとり，クロロホルム 25 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「イミプラミン塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の残留物から「イミプラミン塩酸塩」5 mg に対応する量をとり，これを 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm に吸収の極大を示し，270 ～ 280 nm に吸収の肩を示す．

（3） （1）の残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 170 ～ 174 ℃（分解）である．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 250 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のイミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 200 mL を正確に加え，錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．この液を遠心分離した後，イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）約 25 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にイミプラミン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれを pH 5.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 15 mL，ブロムクレゾールグリン・水酸化ナトリウム試液 8 mL 及びクロロホルム 30 mL を入れた分液漏斗に加えて振り混ぜる．クロロホルム層は少量の脱脂綿を置いた漏斗を用いてろ過し，100 mL のメスフラスコに入れる．更にクロロホルム 30 mL ずつで 2 回同様の操作を繰り返し，クロロホルム層を先のメスフラスコに合わせ，クロロホルムを加えて 100 mL とする．これらの液につき，0.01 mol/L 塩酸試液 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 416 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

イミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{24}N_2$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

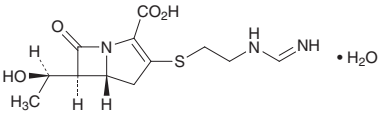
W_S：イミプラミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器.

イミペネム水和物

Imipenem Hydrate

イミペネム



$C_{12}H_{17}N_3O_4S \cdot H_2O$：317.36

(5*R*,6*S*)-3-[2-(Formimidoylamino)ethylsulfanyl]-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid monohydrate ［*74431-23-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミペネム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はイミペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+89 ～ +94°（脱水物に換算したもの 50 mg，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで，注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のイミペネムに対する相対保持時間約 0.8 のチエナマイシンのピーク面積は標準溶液のイミペネムのピーク面積の 1.4 倍より大きくなく，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のイミペネムのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のイミペネム及びチエナマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イミペネムの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たイミペネムのピーク面積が，標準溶液のイミペネムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 ～ 8.0 %（20 mg，電量滴定法，水分気化温度 140 ℃）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びイミペネム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．ただし，試験は試料溶液及び標準溶液を調製した後，30 分以内に行う．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液（100：1）

流量：イミペネムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 50 mg 及びレソルシノール 75 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，レソルシノールの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，イミペネムのピーク面積の相対標準偏差は 0.80 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

注射用イミペネム・シラスタチンナトリウム

Imipenem and Cilastatin for Injection

本品は用時溶解又は懸濁して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 115.0 % に対応するイミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$：299.35）及びシラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$：358.45）として表示量の 93.0 ～ 115.0 % に対応するシラスタチンナトリウム（$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43）を含む．

製　法　本品は「イミペネム水和物」及び「シラスタチンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱するとき，液は紫色を呈する（シラスタチン）．

（2）　本品の水溶液（1 → 1000）2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す（イミペネム）．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5 g（力価）に対応する量を生理食塩液 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．ただし，筋肉内に投与する注射剤の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「イミペネム水和物」0.5 g（力価）に対応する量を生理食塩液　100 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，減圧下，60 ℃，3 時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．ただし，含量規格の中央値を *T* とする．

本品 1 個をとり，その内容物の全量を生理食塩液に溶かし，100 mL とする．表示量に従い「イミペネム水和物」約 25 mg（力価）に対応する容量 *V* mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［mg（力価）］

$= W_S \times (A_{TI} / A_{SI}) \times (100 / V)$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg（力価）］

シラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{TC} / A_{SC}) \times (100 / V) \times 0.955$

W_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量（mg）

不溶性異物〈*6.06*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　用時溶解して用いる注射剤は，第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い，本品 1 個に対応する量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液のイミペネム約 25 mg（力価）に対応する量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にイミペネム標準品約 25 mg（力価）に対応する量及び定量用シラスタチンアンモニウム約 25 mg を精密に量り，生理食塩液 10 mL を加えて溶かし，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のイミペネムのピーク面積 A_{TI} 及び A_{SI}，並びにシラスタチンのピーク面積 A_{TC} 及び A_{SC} を測定する．

イミペネム（$C_{12}H_{17}N_3O_4S$）の量［mg（力価）］

$= W_S \times (A_{TI} / A_{SI})$

W_S：イミペネム標準品の秤取量［mg（力価）］

シラスタチン（$C_{16}H_{26}N_2O_5S$）の量（mg）

$= W_S \times (A_{TC} / A_{SC}) \times 0.955$

W_S：脱水及び脱エタノール物に換算した定量用シラスタチンアンモニウムの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸 0.836 g，1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 50 mg を水 800 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，pH 7.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

流量：イミペネムの保持時間が約 3 分になるように調

整する．

システム適合性

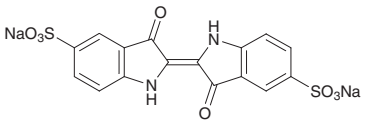
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イミペネム，シラスタチンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上であり，イミペネム及びシラスタチンのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イミペネム及びシラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

インジゴカルミン

Indigocarmine



$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35

Disodium 3,3′-dioxo-[$\Delta^{2,2'}$-biindoline]-5,5′-disulfonate

[*860-22-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，インジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は青色～暗青色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は圧縮するとき，銅に似た色沢を呈する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）は暗青色を呈する．この液を試料溶液とし，次の試験を行うとき，それぞれの液の暗青色は消える．

（i）　試料溶液 2 mL に硝酸 1 mL を加える．

（ii）　試料溶液 2 mL に臭素試液 1 mL を加える．

（iii）　試料溶液 2 mL に塩素試液 1 mL を加える．

（iv）　試料溶液 2 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び亜鉛粉末 0.2 g を加えて加温する．

（2）　本品 0.1 g を酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）100 mL に溶かす．この液 1 mL に酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 1 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　水不溶物　本品 1.00 g に水 200 mL を加えて振り混ぜ，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が青色を呈しなくなるまで水で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.8 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，静かに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とし，この液 5 mL を検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　28 ～ 38 %（乾燥後，1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g 及び水 200 mL を加えて溶かし，二酸化炭素を通じながら煮沸し，熱時 0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の青色が黄色～だいだい色に変わるときとする．

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 1 mL

= 23.32 mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

インジゴカルミン注射液

Indigocarmine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するインジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$：466.35）を含む．

製　法　本品は「インジゴカルミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は暗青色の液である．

pH：3.0 ～ 5.0

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，硝酸 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（2）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，臭素試液 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（3）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.02 g に対応する容量をとり，塩素試液 1 mL を加えるとき，液の暗青色は消え，黄褐色となる．

（4）　本品の表示量に従い「インジゴカルミン」0.01 g に対応する容量をとり，酢酸アンモニウム溶液（1 → 650）を加えて 1000 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 610 ～ 614 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のインジゴカルミン（$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，酒石酸水素ナトリウム一水和物 6 g 及び水を加えて溶かし 200 mL とし，二酸化

炭素を通じながら煮沸し，以下「インジゴカルミン」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 1 mL
= 23.32 mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

インスリン

Insulin

インシュリン

本品は健康なウシ又はブタの膵臓から得たもので，血糖を降下させる作用がある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 当たり 26 インスリン単位以上を含む．

本品は原料に用いた動物種名を表示する．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は薄めた塩酸（1 → 360）又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 0.01 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて pH を 5.1 ～ 5.3 に調整するとき，沈殿を生じ，希塩酸を追加して pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶ける．

純度試験　溶状　本品 0.10 g を薄めた塩酸（1 → 360）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

亜鉛含量　本品約 10 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 50 mL とし，必要ならば，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.3 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求めるとき，換算した乾燥物に対し 0.27 ～ 1.08 % である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

乾燥減量〈2.41〉　10.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，16 時間）．

強熱残分〈2.44〉　本品 0.02 ～ 0.04 g を質量既知の白金皿に精密に量り，硝酸 2 滴を加え，初め弱く，次に強く加熱して灰化する．更にマッフル炉に入れ，600 ℃ で 15 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量るとき，その残分は 2.5 % 以下である．

窒素含量　本品約 20 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，換算した乾燥物に対し，14.5 ～ 16.5 % である．

定 量 法

（i）試験動物　体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを用い，試験用 1 週間以上，実験室で適当な一定の飼料及び水を与えて飼育する．

（ii）インスリン用溶媒　フェノール又は *m*-クレゾール 1.0 ～ 2.5 g を 0.01 mol/L 塩酸 500 mL に溶かし，グリセリン 14 ～ 18 g 及び 0.01 mol/L 塩酸を加えて 1000 mL とする．

（iii）標準原液　インスリン標準品約 20 mg を精密に量り，インスリン用溶媒に溶かし，その 1 mL 中に正確に 20.0 単位を含むようにする．この液は 1 ～ 15 ℃ で保存し，調製後 6 箇月間以内に使用する．

（iv）標準溶液　標準原液にインスリン用溶媒を加えて，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むように薄め，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（v）試料溶液　本品の表示単位に従い，約 20 mg を精密に量り，インスリン用溶媒に溶かし，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むように調製し，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用試料溶液 T_L とする．

（vi）注射量　通例，0.3 ～ 0.5 mL で，予試験又は経験に基づいて定めるが，その注射量は 1 試験を通じてすべて等容量とする．

（vii）操作法　試験動物のなかから体重差が少なくなるように選び，それらを 4 群に分け，各群は 6 匹以上で同数とする．各試験動物は注射前 14 時間以上飼料を与えないで試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない．また，試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り扱う．

第 1 回注射は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物に皮下注射する．

第 1 群	S_H	第 2 群	S_L
第 3 群	T_H	第 4 群	T_L

更に翌日か又は 1 週間以内に，次に示すように標準溶液及び試料溶液を用いて第 2 回注射を行う．

第 1 群	T_L	第 2 群	T_H
第 3 群	S_L	第 4 群	S_H

注射後 1 時間及び 2.5 時間に各試験動物の耳の周縁の静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，（viii）によってその血糖を定量する．

（viii）血糖定量法　外径 18 mm，長さ 165 mm の試験管に硫酸亜鉛七水和物溶液（9 → 2000）5.0 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）1.0 mL を加えた液に血液 0.10 mL を血糖用ピペットを用いて静かに加える．ピペットの内壁に残留する血液は試験管内の上澄液を繰り返し吸い上げて試験管内に完全に洗い出す．試験管の内容物をよく振り混ぜてから水浴中で 3 分間加熱する．この液を，少量の脱脂綿を詰め温湯 3 mL ずつで 2 回洗った径 30 ～ 40 mm の漏斗を用い，内径 30 mm，長さ 90 mm の試験管にろ過し，先の試験管及び漏斗を水 3 mL ずつで 2 回洗い，洗液はろ液に合わせる．この液にアルカリ性ヘキサシアノ鉄

（Ⅲ）酸カリウム試液 2.0 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱した後，直ちに冷却し，ヨウ化カリウム・硫酸亜鉛試液 3.0 mL 及び薄めた酢酸（100）（3 → 100）2.0 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン・塩化ナトリウム試液 2 ～ 4 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）から次の表に従い血糖量（%）を求める．

血糖量（%）換算表

mL※	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0.0	0.385	0.382	0.379	0.376	0.373	0.370	0.367	0.364	0.361	0.358
0.1	0.355	0.352	0.350	0.348	0.345	0.343	0.341	0.338	0.336	0.333
0.2	0.331	0.329	0.327	0.325	0.323	0.321	0.318	0.316	0.314	0.312
0.3	0.310	0.308	0.306	0.304	0.302	0.300	0.298	0.296	0.294	0.292
0.4	0.290	0.288	0.286	0.284	0.282	0.280	0.278	0.276	0.274	0.272
0.5	0.270	0.268	0.266	0.264	0.262	0.260	0.259	0.257	0.255	0.253
0.6	0.251	0.249	0.247	0.245	0.243	0.241	0.240	0.238	0.236	0.234
0.7	0.232	0.230	0.228	0.226	0.224	0.222	0.221	0.219	0.217	0.215
0.8	0.213	0.211	0.209	0.208	0.206	0.204	0.202	0.200	0.199	0.197
0.9	0.195	0.193	0.191	0.190	0.188	0.186	0.184	0.182	0.181	0.179
1.0	0.177	0.175	0.173	0.172	0.170	0.168	0.166	0.164	0.163	0.161
1.1	0.159	0.157	0.155	0.154	0.152	0.150	0.148	0.146	0.145	0.143
1.2	0.141	0.139	0.138	0.136	0.134	0.132	0.131	0.129	0.127	0.125
1.3	0.124	0.122	0.120	0.119	0.117	0.115	0.113	0.111	0.110	0.108
1.4	0.106	0.104	0.102	0.101	0.099	0.097	0.095	0.093	0.092	0.090
1.5	0.088	0.086	0.084	0.083	0.081	0.079	0.077	0.075	0.074	0.072
1.6	0.070	0.068	0.066	0.065	0.063	0.061	0.059	0.057	0.056	0.054
1.7	0.052	0.050	0.048	0.047	0.045	0.043	0.041	0.039	0.038	0.036
1.8	0.034	0.032	0.031	0.029	0.027	0.025	0.024	0.022	0.020	0.019
1.9	0.017	0.015	0.014	0.012	0.010	0.008	0.007	0.005	0.003	0.002

※ 0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量を示す．例えば 1.28 mL ならば上表によって血糖量は 0.127 % となる．

（ix） 計算法 各試験動物について注射後 2 回の血糖定量値を合計する．第 1 群及び第 3 群の各試験動物の第 1 回注射試験で得た血糖値と第 2 回注射試験で得た血糖値の差をそれぞれ y_1 及び y_3 とし，第 2 群及び第 4 群の試験動物の第 2 回注射試験で得た血糖値と第 1 回注射試験で得た血糖値の差をそれぞれ y_2 及び y_4 とする．y_1，y_2，y_3 及び y_4 各 6 個以上を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数

$= \mathrm{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \mathrm{mL}$ 中の単位数$) \times (b / a)$

$M = 0.301 \times (Y_a / Y_b)$

$Y_a = -Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4$

$Y_b = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.1212 以下である．もし，この値を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，あるいは実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4 f s^2 t^2)$

f：各群の試験動物の数

$s^2 = \{\sum y^2 - (Y / f)\} / n$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$

$n = 4(f - 1)$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯 法

保存条件 8 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

インスリン注射液

Insulin Injection

インシュリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 95 ～ 105 % を含む．

製 法 本品は「インスリン」を「注射用水」に懸濁し，「塩酸」を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．本品 100 mL につき，「フェノール」又は「クレゾール」0.10 ～ 0.25 g 及び「濃グリセリン」1.4 ～ 1.8 g を含むように加える．本品には塩化ナトリウムを加えない．

性 状 本品は無色～微黄色澄明である．

確認試験 本品に水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて pH を 5.1 ～ 5.3 に調整するとき，沈殿を生じ，希塩酸を追加して pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶ける．

pH〈2.54〉 2.5 ～ 3.5

強熱残分〈2.44〉 本品の表示単位に従い，500 ～ 1000 単位を含む容量を質量既知の白金皿に正確に量り，水浴上で徐々に蒸発乾固する．残留物に硝酸 2 滴を加え，初めは弱く，次

に強く加熱して灰化する．更にマッフル炉に入れ，600 ℃で 15 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量るとき，その残分は表示された 1000 単位につき，1 mg 以下である．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

窒素含量 窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定量法 「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix） 計算法 計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）
b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）
b：本品の秤取量からこれをインスリン用溶媒で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

貯法
保存条件 凍結を避け，冷所に保存する．
容器 密封容器．

有効期限 製造後 24 箇月．

インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Insulin Zinc Injection (Aqueous Suspension)
インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製法 本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性状 本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物の過半は結晶で，その大きさは 10 ～ 40 μm である．そのほかは無晶形で，大きさは 2 μm 以下である．

確認試験 本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈2.54〉 7.1 ～ 7.5

純度試験 溶存するインスリン 本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

窒素含量 窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定量法

（1） インスリン 本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix） 計算法 計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
= antilog M ×（S_H 1 mL 中の単位数）× b / a

a：本品の秤取量（mL）

（2） 亜鉛 本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（3）　結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 600 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 55 ～ 70 % である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

結晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Crystalline Insulin Zinc Injection　(Aqueous Suspension)
結晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物はほとんど結晶で，その大きさはほとんど 10 ～ 40 μm である．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.1 ～ 7.5

純度試験　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求める時，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

窒素含量　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数
$= \mathrm{antilog}\ M \times (S_H$ 1 mL 中の単位数$) \times b / a$

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数
$= \mathrm{antilog}\ M \times (S_H$ 1 mL 中の単位数$) \times b / a$

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（3）　結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 400 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 85 % 以上である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．
容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

無晶性インスリン亜鉛水性懸濁注射液

Amorphous Insulin Zinc Injection （Aqueous Suspension）

無晶性インシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.12 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．

本品 100 mL 中に「酢酸ナトリウム水和物」0.15 ～ 0.17 g，「塩化ナトリウム」0.65 ～ 0.75 g 及び「パラオキシ安息香酸メチル」0.09 ～ 0.11 g を含むように加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，液中の懸濁物はほとんど無晶で，一定の形状を示さない．また，その大きさはほとんど 2 μm 以下である．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.1 ～ 7.5

純度試験　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

窒素含量　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 0.50 ～ 0.64 mg である．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数

$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times b / a$

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数

$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times b / a$

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

（3）　結晶性インスリン　本品の表示単位に従い，約 1000 単位を含む容量を正確に量り，遠心分離して上澄液を除き，残留物に水 5 mL を加えて懸濁し，酢酸ナトリウム・アセトン試液 10 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を除き，再び同様の操作を繰り返す．残留物を硫酸 15 mL でケルダールフラスコに洗い込み，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は全窒素量の 10 % 以下である．ただし，全窒素量は試料の採取量のインスリン単位につき，窒素含量の数値から計算する．

貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

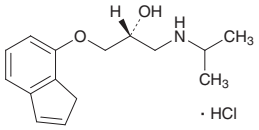
容　　器　密封容器．

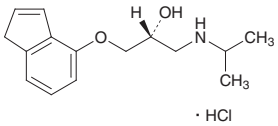
有効期限　製造後 24 箇月．

インデノロール塩酸塩

Indenolol Hydrochloride

塩酸インデノロール





及び鏡像異性体

$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79

(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-4-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

(2*RS*)-1-(3*H*-Inden-7-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*68906-88-7*]

本品は，(2*RS*)-1-(3*H*-インデン-4-イルオキシ)-3-(1-メチルエチル)アミノプロパン-2-オール一塩酸塩と(2*RS*)-1-(3*H*-インデン-7-イルオキシ)-3-(1-メチルエチル)アミノプロパン-2-オール一塩酸塩の混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，インデノロール塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムにやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，酢酸エチルに極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に希塩酸 1 ～ 2 滴及び水 5 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，赤紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（250 nm）：330 ～ 340（乾燥後，10 mg，水，1000 mL）．

融　点〈*2.60*〉　140 ～ 143 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（70：15：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 5 mg を酢酸エチル/ガスクロマトグラフィー用無水トリフルオロ酢酸混液（9：1）1.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．保持時間 16 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.6 ～ 0.7 である．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 2 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 65 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 2 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：150 ～ 170 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：インデノロール塩酸塩の 2 つのピークのうち，先に流出するピークの保持時間が約 16 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2 つのピークの分離度が 1.1 以上のものを用いる．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

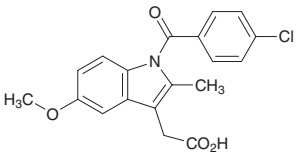
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.38 mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

インドメタシン
Indometacin



$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79
[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1*H*-indol-3-yl]acetic acid ［*53-86-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の微細な結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって着色する．

融点：155 ～ 162 ℃

確認試験

（1） 本品 2 mg をメタノール 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はインドメタシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したインドメタシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをジエチルエーテルから再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に無水ジエチルエーテル/酢酸（100）混液（100：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，メタノール 60 mL に溶かし，水 30 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 35.78 mg $C_{19}H_{16}ClNO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

インドメタシンカプセル
Indometacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79）を含む．

製　法　本品は「インドメタシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「インドメタシン」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をろ過する．ろ液を蒸発乾固し，冷後，メタノール 20 mL を加えて溶かす．その液 10 mL にメタノールを加えて 50 mL とする．この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「インドメタシン」0.10 g に対応する量をとり，メタノール 10 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．以下「インドメタシン」の純度試験（4）を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水/pH 7.2 のリン酸塩緩衝液混液（4：1）900 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水/pH 7.2 のリン酸塩緩衝液混液（4：1）に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 320 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 75 % 以上である．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の表示量に対する溶出率(%)
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (90 / C)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）
C：1 カプセル中のインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（7：3）
流量：インドメタシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：4-クロロ安息香酸 50 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 30 mg 及びインドメタシン 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 2.0 以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

インドメタシン坐剤
Indometacin Suppositories

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するインドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$：357.79）を含む．

製法 本品は「インドメタシン」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「インドメタシン」0.05 g に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，メタノールを加えて 50 mL とし，必要ならばろ過し，この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液を 30 分間放置し，孔径 0.5 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にインドメタシン標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

インドメタシン（$C_{19}H_{16}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：インドメタシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：メタノール/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（7：3）
流量：インドメタシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：4-クロロ安息香酸 50 mg，パラオキシ安息香酸ブチル 30 mg 及びインドメタシン 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，パラオキシ安息香酸ブチル，インドメタシンの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とパラオキシ安息香酸ブチルの分離度は 2.0 以上，パラオキシ安息香酸ブチルとインドメタシンの分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するインドメタシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密閉容器．

インフルエンザ HA ワクチン

Influenza HA Vaccine

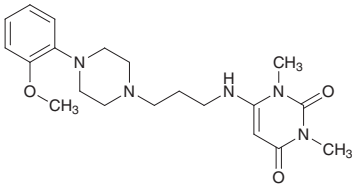
本品はインフルエンザウイルスのヘムアグルチニンを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のインフルエンザ HA ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は澄明又はわずかに白濁した液である．

ウラピジル

Urapidil



$C_{20}H_{29}N_5O_3$：387.48

6-{3-[4-(2-Methoxyphenyl)piperazin-1-yl]propylamino}-1,3-dimethyluracil

[*34661-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ウラピジル（$C_{20}H_{29}N_5O_3$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　156 ～ 161 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品 3.0 g をアセトン 40 mL 及び希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.003 % 以下）．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（22：13：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 12.92 mg　$C_{20}H_{29}N_5O_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

ウリナスタチン

Ulinastatin

本品はヒト尿から分離精製して得たトリプシン阻害活性を有する糖たん白質を含む液である．

本品は定量するとき，1 mL 中 45000 単位以上のウリナスタチンを含み，たん白質 1 mg 当たり 2500 単位以上を含む．

性　状　本品は淡褐色～褐色の澄明な液である．

確認試験

（1）　本品の適量に水を加え，1 mL 中に 4000 単位を含むように調製した液 1 mL に，フェノールの水溶液（1 → 20）1 mL を加え，更に注意しながら硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液はだいだい色～赤だいだい色を呈する．

（2）　本品の適量に水を加え，1 mL 中に 2000 単位を含むように調製した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長

のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の適量に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，1 mL 中に 500 単位を含むように調製し，試料溶液とする．別に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液をとり，対照液とする．試料溶液及び対照液それぞれ 0.1 mL をとり，これに pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液 1.6 mL を加え，更にウリナスタチン試験用トリプシン試液 0.2 mL を加えて振り混ぜた後，25 ℃ の水浴中で 1 分間放置する．この液に *N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 1 mL を加えて振り混ぜ，更に 25 ℃ の水浴中で 2 分間放置するとき，試料溶液は無色，対照液は黄色を呈する．

（4） カンテン末 1.5 g に pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，直ちに水平な台の上に置いたガラスシャーレにカンテン層が約 2 mm の厚さになるように注ぐ．カンテン溶液が固まった後，6 mm の間隔で直径約 2.5 mm の穴を 2 個（穴 A，穴 B）あける．

本品の適量に pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液を加え，1 mL 中に 500 単位を含むように調製した液を穴 A に，抗ウリナスタチンウサギ血清を穴 B にそれぞれ 10 μL ずつ入れ，カンテン板が乾燥しないようふたをして室温で一夜放置するとき，一本の明瞭な沈降線を生じる．

pH 〈*2.54*〉 6.0 ～ 8.0

比 活 性 本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 2500 単位以上のウリナスタチンを含む．

（i） 試料溶液 本品の表示量に従い，本品のウリナスタチン約 10000 単位に相当する量を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．

（ii） 標準溶液 ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300，200，100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii） 操作法 内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体 1 mL 中の含量を計算する．

純度試験

（1） 重金属 〈*1.07*〉 本品 10 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（1 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品の適量に水を加え，1 mL 中に 12500 単位を含むように調製し，試料原液とする．試料原液 0.25 mL を正確に量り，これにグリセリン 0.2 mL 及び 0.05 % ブロモフェノールブルー試液 0.05 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に，試料原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 0.25 mL を正確に量り，グリセリン 0.2 mL 及び 0.05 % ブロモフェノールブルー試液 0.05 mL を正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の方法により試験を行うとき，試料溶液から得た主泳動帯以外の泳動帯は標準溶液から得た泳動帯より濃くない．

（i） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 A 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 18.2 g を水 80 mL に溶かし，6 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.8 に調整し，水を加えて 100 mL とする．

（ii） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 B 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.0 g を水 80 mL に溶かし，6 mol/L 塩酸試液を加えて pH 8.8 に調整し，水を加えて 100 mL とする．

（iii） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 C 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 3.0 g 及びグリシン 14.4 g を水に溶かし，1000 mL とする．

（iv） ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 アクリルアミド 30 g 及び *N*,*N*′-メチレンビスアクリルアミド 0.8 g を水に溶かし，100 mL とする．

（v） 分離用ゲル ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 A 15 mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 20 mL，水 24.5 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミン 0.022 mL，10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液 0.32 mL 及び 1 mol/L 亜硫酸ナトリウム試液 0.3 mL の割合の各液を加えて静かに振り混ぜ，ゲル作成用プレートに静かに注ぎ，その上に水を重層して 1 時間静置する．

（vi） 濃縮用ゲル 分離用ゲル上の水を除き，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 B 2.5 mL，ポリアクリルアミドゲル電気泳動用アクリルアミド液 2.66 mL，水 14.6 mL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチルエチレンジアミン 0.01 mL，10 % ペルオキソ二硫酸アンモニウム試液 0.2 mL 及び 1 mol/L 亜硫酸ナトリウム試液 0.04 mL の割合の各液を加えて混合した液を，分離用ゲル上に加える．濃縮用ゲルの高さが約 15 mm になるようにプラスチックの溝枠を水平に取り付け，2 時間静置する．

（vii） 操作法 泳動 スラブゲル電気泳動装置に調製したゲルを取り付け，上下の電極槽にそれぞれ必要量のポリアクリルアミドゲル電気泳動用トリス緩衝液 C を入れる．マイクロシリンジを用いて標準溶液及び試料溶液 10 μL ずつを濃縮用ゲルの溝に静かに注ぎ，下側を陽極として，電気泳動を行う．ブロモフェノールブルーの帯が分離用ゲルの下端から約 10 mm の位置に達したとき，電気泳動を終了させる．

染色 クーマシーブリリアントブルー R-250 2.0 g をメタノール 400 mL 及び酢酸（100）100 mL に溶かし，更に水を加えて 1000 mL とし，染色液とする．ゲルを取り出し，40 ℃ に加温した染色液に 2 時間浸して染色する．

脱色 メタノール 100 mL，酢酸（100）75 mL に水を加えて 1000 mL とし，脱色液とする．染色液から取り出したゲルを，脱色液に浸して脱色する．

（3） カリジノゲナーゼ 本品の適量に水を加え，1 mL 中

に約 50000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．試験管に試料溶液 0.4 mL を正確に入れ，pH 8.2 のトリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に入れる．5 分後にカリジノゲナーゼ測定用基質試液（4）0.1 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に戻す．更に 30 分後，薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.1 mL を正確に加えて振り混ぜたものを酵素反応液とする．別の試験管に試料溶液 0.4 mL を正確に入れ，pH 8.2 のトリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，37±0.2 ℃ の恒温槽に入れる．35 分後に薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.1 mL を正確に加えて振り混ぜた後，更にカリジノゲナーゼ測定用基質試液（4）0.1 mL を正確に加え振り混ぜたものをブランクとする．水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により酵素反応液及びブランクの波長 405 nm における吸光度を測定し，酵素反応液の吸光度とブランクの吸光度の差を求めるとき，0.050 以下である．

分子量試験　本品の適量に移動相を加え，1 mL 中に約 6500 単位を含むように調製し，試料溶液とする．別に，γ-グロブリン（分子量：160000），ウリナスタチン試験用ウシ血清アルブミン（分子量：67000）及びミオグロビン（分子量：17000）をそれぞれ 1.0 mg ずつ量り，移動相約 1 mL に溶かし，分子量標準品溶液とする．試料溶液及び分子量標準品溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各分子量標準品の保持時間から，縦軸を分子量の対数，横軸を保持時間（分）とする検量線を作成する．これに本品の保持時間をあてて分子量を求めるとき，分子量は 67000±5000 である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 7 mm，長さ約 60 cm のステンレス管に 10 ～ 12 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 16.33 g 及びエチレングリコール 124.15 g を水に溶かし，1000 mL とする．必要ならば，リン酸を加えて pH を 4.0 に調整する．

流量：ウシ血清アルブミンの保持時間が約 36 分になるように調整する．

カラムの選定：分子量標準品溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，γ-グロブリン，ウシ血清アルブミン及びミオグロビンの順に溶出し，γ-グロブリンとウシ血清アルブミン，ウシ血清アルブミンとミオグロビンのそれぞれの分離度が 1.5 以上のものを用いる．

抗原性試験　本品の適量に生理食塩液を加え，1 mL 中に 15000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目，第 3 日目及び第 5 日目に試料溶液 0.10 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットには試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットには馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する．

注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱及び致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

毒性試験　体重 18 ～ 25 g の栄養状態のよい健康なマウス 5 匹を使用し，それぞれに本品 0.50 mL を尾静脈内に注射するとき，注射後 48 時間以内にいずれも死亡しない．注射後 48 時間以内に死亡したものがあるときは，更にいまだ試験に使用していない体重 19 ～ 21 g のマウス 5 匹につき，試験を繰り返す．48 時間以内にそのいずれもが生存する．

定 量 法　本品の適量を正確にとり，表示量に従い，1 mL 中に約 150 単位を含むように pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて調製し，試料溶液とする．ウリナスタチン標準品に pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え，その 1 mL 中にウリナスタチンとして正確に 300，200，100，50 及び 0 単位を含むように調製し，それぞれ標準溶液とする．pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液及び *N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液は，25±1 ℃ の恒温槽であらかじめ温めておく．試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.1 mL ずつを正確にとり，それぞれに pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液 1.6 mL を正確に加えて振り混ぜ，25±1 ℃ の恒温槽に入れる．pH 7.8 の 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて 1 分後に，氷冷してあるウリナスタチン試験用トリプシン試液 0.2 mL を正確に加えて振り混ぜ，再び恒温槽に戻す．更に 1 分後，*N*-α-ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ，恒温槽に入れ反応させる．2 分後に酢酸（100）（1 → 2）0.1 mL を正確に加えて反応を停止させ，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 405 nm における吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度をもとに作成した検量線に試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のウリナスタチンの単位を求める．

貯　法

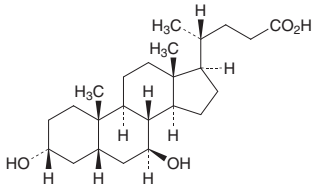
保存条件　−20 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ウルソデオキシコール酸

Ursodeoxycholic Acid

ウルソデスオキシコール酸



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7β-Dihydroxy-5β-cholan-24-oic acid ［*128-13-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ウルソデオキシコール酸（$C_{24}H_{40}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験　本品 0.01 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．この液に水 5 mL を加えるとき，青緑色の浮遊物を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+59.0 ～ +62.0°（乾燥後，1 g，エタノール（99.5），25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 200 ～ 204 ℃

純度試験

（1） **におい**　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においを発しない．

（2） **塩化物**〈*1.03*〉　本品 2.0 g に酢酸（100）20 mL を加え，振り混ぜて溶かし，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜ，10 分間放置する．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液をとり，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に酢酸（100）4 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）．

（3） **硫酸塩**〈*1.14*〉　（2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に酢酸（100）4 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） **重金属**〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） **バリウム**　（1）の液に塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL になるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（6） **ヒ素**〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） **類縁物質**　本品 50 mg をとり，クロロホルム/エタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸 75 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 25 mg をとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とする．次に，この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に 120 ℃ で 30 分間乾燥後，直ちにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧し，120 ℃ で 2 ～ 3 分間加熱するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加えて溶かす．次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL ＝ 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯 法 容 器　密閉容器．

ウロキナーゼ
Urokinase

［*9010-53-1*］

本品はヒト尿から得たもので，プラスミノーゲンを活性化する作用のある分子量約 54000 の酵素である．

本品は適当な緩衝液を溶媒とした液である．

本品は定量するとき，1 mL 中 60000 単位以上を含み，たん白質 1 mg 当たり 120000 単位以上を含む．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1） フィブリノーゲン 0.07 g を pH 7.4 のリン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液に，トロンビンを生理食塩液に溶かして 1 mL 中に 10 単位を含むように調製した液 1 mL を加えて混和し，内径約 90 mm のシャーレに入れ，液が凝固するまで水平に静置する．この表面に，本品にゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 単位を含むように調製した液 10 μL を滴加し，一夜静置するとき，溶解円を生じる．

（2） カンテン末 1.0 g を pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL に加温して溶かし，シャーレに液の深さが約 2 mm になるように入れる．冷後，直径 2.5 mm の 2 個の穴を 6 mm の間隔でつくる．それぞれの穴に，本品に生理食塩液を加えて 1 mL 中に 30000 単位を含むように調製した液 10 μL 及び抗ウロキナーゼ血清 10 μL を別々に入れ，一夜静置するとき，明瞭な沈降線を生じる．

純度試験

（1） **重金属**〈*1.07*〉　本品 2.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） **血液型物質**　本品に生理食塩液を加えて 1 mL 中に

12000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．抗 A 血液型判定用抗体に生理食塩液を加え，それぞれ 32 倍，64 倍，128 倍，256 倍，512 倍及び 1024 倍に薄め，V 字型 96 穴マイクロプレートの第 1 列及び第 2 列の 6 穴に，それぞれ 25 μL ずつを別々に入れる．次に第 1 列の 6 穴に試料溶液 25 μL ずつを加え，第 2 列の 6 穴に生理食塩液 25 μL ずつを加える．振り混ぜて 30 分間放置した後，更に各穴に A 型赤血球浮遊液 50 μL ずつを加えて振り混ぜ，2 時間静置する．両列の赤血球の凝集を比較するとき，凝集を示す穴の抗 A 抗体の希釈倍数は等しい．

抗 B 血液型判定用抗体及び B 型赤血球浮遊液を用いて同様の試験を行う．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1 mL 中に 12000 単位を含むように調整し，試料溶液とする．体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

高分子量ウロキナーゼ　本品にゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．試料溶液 100 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．保持時間 35 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち，保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を自動面積積分法により測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.85 以上である．

操作条件

装置：移動相送液用ポンプ，試料導入部，カラム，反応試薬送液用ポンプ，反応コイル，反応槽，蛍光光度計及び記録装置を用い，カラムの移動相出口に 3 方管を付け，反応試薬送液用ポンプ及び反応コイルに連結し，反応コイル出口を蛍光光度計に連結する．

検出器：蛍光光度計（励起波長：365 nm，蛍光波長：460 nm）

カラム：内径約 7.5 mm，長さ約 60 cm のステンレス管に充てん剤として 10 ～ 12 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.25 mm，長さ 150 cm のステンレス管

反応コイル温度：37 ℃

移動相：ゼラチン・リン酸塩緩衝液

移動相流量：毎分 0.5 mL

反応試薬：7-(グルタリルグリシル-L-アルギニルアミノ)-4-メチルクマリン試液

反応試薬流量：毎分 0.75 mL

カラムの選定：本品に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整した後，37 ℃ で 24 時間以上放置する．これにゼラチン・リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20000 単位を含むように調製する．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，分子量 54000 の高分子量ウロキナーゼ，分子量 33000 の低分子量ウロキナーゼの順に溶出し，その分離度が 1.0 以上のものを用いる．

定 量 法

（1） ウロキナーゼ　本品 1 mL を正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に約 30 単位を含むように正確に薄め，試料溶液とする．高分子量ウロキナーゼ標準品 1 アンプルの全量にゼラチン・トリス緩衝液 2 mL を正確に加えて溶かし，その 1 mL を正確に量り，ゼラチン・トリス緩衝液を加えて 1 mL 中に約 30 単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 1.0 mL ずつを，内径約 10 mm のシリコンコート処理した試験管 2 本に入れ，35±0.2 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，試料溶液及び標準溶液 0.50 mL を別々に加え，35±0.2 ℃ で正確に 30 分加温し，薄めた酢酸（100）（2 → 5）0.50 mL ずつを加える．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 405 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．別に L-ピログルタミルグリシル-L-アルギニン-*p*-ニトロアニリン塩酸塩試液 1.0 mL ずつを試験管 2 本に入れ，薄めた酢酸（100）（2 → 5）0.50 mL ずつを加えた後，試料溶液及び標準溶液 0.50 mL を別々に加える．これらの液につき，水を対照とし，同様に波長 405 nm における吸光度 A_{T0} 及び A_{S0} を測定する．

ウロキナーゼの量（単位）

$$= \{(A_T - A_{T0}) / (A_S - A_{S0})\} \times a \times b$$

a：標準溶液 1 mL 中のウロキナーゼの量（単位）

b：試料溶液を製したときの全容量（mL）

（2） たん白質　本品のたん白質約 15 mg に相当する容量を正確に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 0.8754 mg たん白質

貯　法

保存条件　－20 ℃ 以下で保存する．

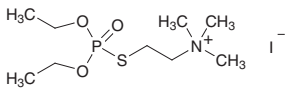
容　　器　気密容器．

エコチオパートヨウ化物

Ecothiopate Iodide

ヨウ化エコチオパート

ヨウ化エコチオフェイト



$C_9H_{23}INO_3PS$：383.23

2-(Diethoxyphosphorylsulfanyl)-*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium iodide ［*513-10-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エコチオパートヨウ化物（$C_9H_{23}INO_3PS$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，硝酸 1 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．また，この沈殿を含む混濁液 1 滴をとり，ヘキサン 1 mL を加えて振り混ぜるとき，ヘキサン層は淡赤色を呈する．

（2） （1）で得られた沈殿を含む混濁液を無色になるまで加熱し，冷後，水 10 mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 2 mL はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（3） （2）で得られた試料溶液 2 mL は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融 点〈*2.60*〉 116 ～ 122 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱する．これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて，液が無色となり，白煙が発生するまで加熱する．冷後，少量の水と共にネスラー管に移し，更に水を加えて約 20 mL とする．アンモニア水（28）及びアンモニア試液で pH を 3.0 ～ 3.5 に調整し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製法と同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），50 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品約 0.125 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，更に pH 12 のリン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加え，栓をして 25±3 ℃ に 20 分間放置する．この液に酢酸（100）2 mL をすばやく加えた後，0.002 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様な方法で pH 12 のリン酸塩緩衝液を加えずに試験を行い，補正する．

0.002 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 1.533 mg $C_9H_{23}INO_3PS$

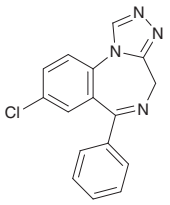
貯 法

保存条件 遮光して，0 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

エスタゾラム

Estazolam



$C_{16}H_{11}ClN_4$：294.74

8-Chloro-6-phenyl-4*H*-[1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]benzodiazepine [*29975-16-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エスタゾラム（$C_{16}H_{11}ClN_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2） 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 229 ～ 233 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g にエタノール（95）10 mL を加え，加熱して溶かし，水 40 mL を加え，氷水中で振り混ぜながら冷却した後，常温になるまで放置し，ろ過する．ろ液 30 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL 及びエタノール（95）6 mL を加える（0.015 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノー

ル混液（5：3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

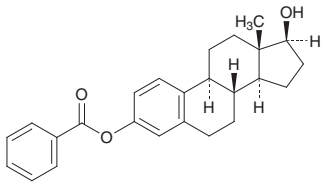
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 14.74 mg $C_{16}H_{11}ClN_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

エストラジオール安息香酸エステル

Estradiol Benzoate

安息香酸エストラジオール



$C_{25}H_{28}O_3$：376.49

Estra-1, 3, 5(10)-triene-3, 17β-diol 3-benzoate　［*50-50-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は帯黄緑色を呈し，青色の蛍光を発する．この液に注意して水 2 mL を追加するとき，うすいだいだい色に変わる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストラジオール安息香酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋54 ～ ＋58°（乾燥後，0.1 g，アセトン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　191 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　3, 17α-エストラジオール　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品 5.0 mg ずつをとり，それぞれをアセトンに溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを共栓試験管に正確に量り，沸騰石を入れ，水浴中で加熱してアセトンを蒸発し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 1 時間乾燥する．それぞれに希鉄・フェノール試液 1.0 mL を加え，ゆるく栓をして水浴中で 30 秒間加熱した後，水浴中で数秒間振り動かし，更に 2 分間加熱する．次に 2 分間氷冷した後，薄めた硫酸（7 → 20）4.0 mL を加え，よく混和するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（2）　類縁物質　本品 40 mg をアセトン 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びエストラジオール安息香酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）
＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（13 → 80000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（7：3）

流量：エストラジオール安息香酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エストラジオール安息香酸エステルの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストラジオール安息香酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エストラジオール安息香酸エステル注射液

Estradiol Benzoate Injection

安息香酸エストラジオール注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$：376.49）を含む．

製　法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は澄明な油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1 mg に対応する容量をとり，クロロホルムを加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更にクロロホルム/メタノール混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これらに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）約 10 mg に対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，薄めたメタノール（9 → 10）を飽和したヘキサン 30 mL を加え，ヘキサンを飽和した薄めたメタノール（9 → 10）15 mL ずつで 5 回抽出する．抽出液は薄めたメタノール（9 → 10）10 mL で洗ったろ紙を用いてろ過し，ろ液にメタノールを加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれ遮光した 20 mL のメスフラスコに入れ，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物をメタノール 1 mL に溶かし，更にホウ酸・メタノール緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜた後，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸する．冷後，ホウ酸・メタノール緩衝液 5 mL を加え，振り混ぜた後，氷冷する．それぞれの液に氷冷したジアゾ試液 2 mL を速やかに加え，激しく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とし，振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液につき，メタノール 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．層長 4 cm のセルを用い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密封容器．

エストラジオール安息香酸エステル水性懸濁注射液

Estradiol Benzoate Injection（Aqueous Suspension）

安息香酸エストラジオール水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$：376.49）を含む．

製　法　本品は「エストラジオール安息香酸エステル」をとり，注射液の製法により製する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験　本品の表示量に従い「エストラジオール安息香酸エステル」1 mg に対応する容量をとり，クロロホルム 5 mL で抽出した液を試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品 1 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品をよく振り混ぜ，エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，メタノールを加えて結晶を溶かし，正確に 20 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にエストラジオール安息香酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．以下「エストラジオール安息香酸エステル」の定量法を準用する．

エストラジオール安息香酸エステル（$C_{25}H_{28}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/5)$

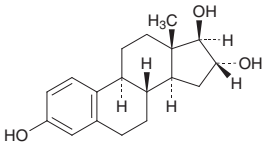
W_S：エストラジオール安息香酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（13 → 100000）

貯　法　容　　器　密封容器.

エストリオール

Estriol



$C_{18}H_{24}O_3$：288.38

Estra-1,3,5(10)-triene-3,16α,17β-triol　［*50-27-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）97.0 ～ 102.0 % を含む.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又は 1,4-ジオキサンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品 0.01 g をエタノール（95）100 mL に加温して溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに *p*-フェノールスルホン酸ナトリウムのリン酸溶液（1 → 50）5 mL を加え，150 ℃ で 10 分間加熱し，冷却するとき，液は赤紫色を呈する.

（2）（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエストリオール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したエストリオール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+54 ～ +62°（乾燥後，40 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）.

融　点〈*2.60*〉　281 ～ 286 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（2）　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）10 mL に加温して溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/酢酸（100）混液（18：1：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）.

定 量 法　本品及びエストリオール標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（51：49）

流量：エストリオールの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エストリオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエストリオールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法　容　　器　気密容器.

エストリオール錠

Estriol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$：288.38）を含む.

製　法　本品は「エストリオール」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）本品を粉末とし，表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する量をとり，エタノール（95）20 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール 15 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液一定量を正確に量り，1 mL 中にエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 5 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に一定量とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．ただし，内標準溶液は安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 40000）とする．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 % 以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 0.1 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，「エストリオール」の定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，エストリオールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 10)$$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，水 5 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，メタノール 25 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．更にメタノール 25 mL を加え，同様の操作を 2 回繰り返し，上澄液を合わせ，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，以下「エストリオール」の定量法を準用する．

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$$

W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 5000）

貯法 容器 気密容器．

エストリオール水性懸濁注射液

Estriol Injection (Aqueous Suspension)

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$：288.38）を含む．

製法 本品は「エストリオール」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は振り混ぜるとき，白濁する．

確認試験

（1）本品をよく振り混ぜ，表示量に従い「エストリオール」2 mg に対応する容量をとり，エタノール（95）を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，「エストリオール」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定量法 本品をよく振り混ぜ，エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）約 5 mg に対応する容量を正確に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にエストリオール標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「エストリオール」の定量法を準用する．

エストリオール（$C_{18}H_{24}O_3$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$$

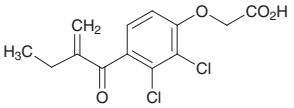
W_S：エストリオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エストリオール試験用安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 5000）

貯　法　容　　器　密封容器．

エタクリン酸

Etacrynic Acid



$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14

[2,3-Dichloro-4-(2-ethylacryloyl)phenoxy]acetic acid

[*58-54-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，この液 5 mL をとり，臭素試液 0.1 mL を加えるとき，試液の色は消える．また，残りの 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，試液の色は直ちにうすいだいだい色に変わる．

（2）　本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加熱する．冷後，クロモトロープ酸試液 1 mL を加えて水浴中で 10 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　121 ～ 125 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸エチル/酢酸（100）混液（6：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.25 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加える．これに塩酸 3 mL を加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，60 分間暗所に放置する．次に水 50 mL 及びヨウ化カリウム試液 15 mL を注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 15.16 mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

エタクリン酸錠

Etacrynic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$：303.14）を含む．

製　法　本品は「エタクリン酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）本品を粉末とし，表示量に従い「エタクリン酸」0.3 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，ジクロロメタン 50 mL で抽出する．ジクロロメタン抽出液をろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「エタクリン酸」の確認試験（1），（2）及び（4）を準用する．

（2）（1）の残留物につき，メタノールを加えて溶かし，「エタクリン酸」のメタノール溶液（1 → 20000）を調製する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 268 ～ 272 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用エタクリン酸を 60 ℃で 2 時間減圧乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，

紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S：定量用エタクリン酸の秤取量（mg）
C：1 錠中のエタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）の表示量（mg）

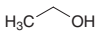
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エタクリン酸（$C_{13}H_{12}Cl_2O_4$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，ジクロロメタン 30 mL ずつで 3 回抽出する．ジクロロメタン抽出液は脱脂綿を用いてヨウ素瓶にろ過する．次にジクロロメタン少量で脱脂綿を洗い，洗液は先の抽出液と合わせる．この液を水浴上で空気を送りながら蒸発乾固し，残留物を酢酸（100）20 mL に溶かし，以下「エタクリン酸」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 15.16 mg $C_{13}H_{12}Cl_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

エタノール

Ethanol
アルコール



C_2H_6O：46.07
Ethanol ［*64-17-5*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．
なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O）95.1 ～ 96.9 vol% を含む（比重による）．

◆**性 状** 本品は無色澄明の液である．
本品は水と混和する．
本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．
本品は揮発性である．◆

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d_{15}^{15}：0.809 ～ 0.816

純度試験

（1） 溶状 本品は無色澄明である．また，本品 1.0 mL に水を加えて 20 mL とし，5 分間放置するとき，液は澄明である．
比較液：水

（2） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に新たに煮沸して冷却した水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1.0 mL にエタノール（95）7.0 mL 及び水 2.0 mL を加えた液 0.1 mL を加えるとき，液は無色である．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3） 揮発性混在物 本品 500 mL を正確に量り，4-メチルペンタン-2-オール 150 μL を加えて試料溶液とする．別に無水メタノール 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド 50 μL ずつをとり，本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．更に，アセタール 150 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（3）とする．更に，ベンゼン 100 μL に本品を加えて正確に 100 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（4）とする．本品，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積 A_E，ベンゼンのピーク面積 B_E，アセタールのピーク面積 C_E 及び標準溶液（1）のメタノールのピーク面積，標準溶液（2）のアセトアルデヒドのピーク面積 A_T，標準溶液（3）のアセタールのピーク面積 C_T，標準溶液（4）のベンゼンのピーク面積 B_T を求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）のメタノールのピーク面積の 1/2 以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして 10 vol ppm より大きくなく，ベンゼンの量は 2 vol ppm より大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下である．ただし，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積の 3 % 以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和（vol ppm）
$= \{(10 \times A_E) / (A_T - A_E)\} + \{(30 \times C_E) / (C_T - C_E)\}$

ベンゼンの量（vol ppm）$= 2\ B_E / (B_T - B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相（液相）の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピルフェニル－94 % ジメチルシリコーンポリマーを厚さ 1.8 μm で被覆する．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度で注入し，12 分間保った後，240 ℃ になるまで 1 分間に 10 ℃ の割合で昇温し，240 ℃ 付近の一定温度で 10 分間保つ．
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：35 cm/秒

スプリット比： 1：20

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノールの順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

（4）他の混在物（吸光度） 本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 240 nm，250 nm ～ 260 nm 及び 270 nm ～ 340 nm における吸光度は，それぞれ 0.40，0.30 及び 0.10 以下である．また，水を対照とし，層長 5 cm のセルを用い，波長 235 nm ～ 340 nm における吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5） 蒸発残留物 本品 100 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

貯 法

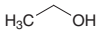
保存条件 遮光して保存する．

◆容 器 気密容器.◆

無水エタノール

Anhydrous Ethanol

無水アルコール



C_2H_6O：46.07

Ethanol ［*64-17-5*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O）99.5 vol% 以上を含む（比重による）．

◆**性 状** 本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は燃えやすく，点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

沸点：78 ～ 79 ℃.◆

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d_{15}^{15}：0.794 ～ 0.797

純度試験

（1） 溶状 本品は無色澄明である．また，本品 1.0 mL に水を加えて 20 mL とし，5 分間放置するとき，液は澄明である．

比較液：水

（2） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に新たに煮沸して冷却した水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1.0 mL にエタノール（95）7.0 mL 及び水 2.0 mL を加えた液 0.1 mL を加えるとき，液は無色である．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は淡紅色を呈する．

（3） 揮発性混在物 本品 500 mL を正確に量り，4-メチルペンタン-2-オール 150 μL を加えて試料溶液とする．別に無水メタノール 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．また，無水メタノール及びアセトアルデヒド 50 μL ずつをとり，本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．更に，アセタール 150 μL に本品を加えて正確に 50 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（3）とする．更に，ベンゼン 100 μL に本品を加えて正確に 100 mL とする．この液 100 μL に本品を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（4）とする．本品，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．本品及びそれぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，本品のアセトアルデヒドのピーク面積 A_E，ベンゼンのピーク面積 B_E，アセタールのピーク面積 C_E 及び標準溶液（1）のメタノールのピーク面積，標準溶液（2）のアセトアルデヒドのピーク面積 A_T，標準溶液（3）のアセタールのピーク面積 C_T，標準溶液（4）のベンゼンのピーク面積 B_T を求めるとき，本品のメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）のメタノールのピーク面積の 1/2 以下である．また，次式により混在物の量を求めるとき，アセトアルデヒド及びアセタールの量の和はアセトアルデヒドとして 10 vol ppm より大きくなく，ベンゼンの量は 2 vol ppm より大きくない．また，試料溶液のその他の混在物のピークの合計面積は，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積以下である．ただし，4-メチルペンタン-2-オールのピーク面積の 3 % 以下のピークは用いない．

アセトアルデヒド及びアセタールの量の和（vol ppm）

$$= \{(10 \times A_E) / (A_T - A_E)\} + \{(30 \times C_E) / (C_T - C_E)\}$$

ベンゼンの量（vol ppm）$= 2\ B_E / (B_T - B_E)$

必要ならば，異なる極性の固定相（液相）の他の適切なクロマトグラフィー条件によりベンゼンの同定を行う．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 6 % シアノプロピルフェニル－94 % ジメチルシリコーンポリマーを厚さ 1.8 μm で被覆する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度で注入し，12 分間保った後，240 ℃ になるまで 1 分間に 10 ℃ の割合で昇温し，240 ℃ 付近の一定温度で 10 分間保つ．

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：35 cm/秒

スプリット比：1：20

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアルデヒド，メタノール

の順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

（4） 他の混在物（吸光度） 本品につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 240 nm，250 nm ～ 260 nm 及び 270 nm ～ 340 nm における吸光度は，それぞれ 0.40，0.30 及び 0.10 以下である．また，水を対照とし，層長 5 cm のセルを用い，波長 235 nm ～ 340 nm における吸収スペクトルを測定するとき，吸収曲線は平坦である．

（5） 蒸発残留物 本品 100 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

◆容 器 気密容器.◆

消毒用エタノール

Ethanol for Disinfection

消毒用アルコール

本品は 15 ℃ でエタノール（C_2H_6O：46.07）76.9 ～ 81.4 vol% を含む（比重による）．

製 法

エタノール	830 mL
精 製 水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

本品は水と混和する．

本品は点火するとき，淡青色の炎をあげて燃える．

本品は揮発性である．

確認試験

（1） 本品 1 mL にヨウ素試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，淡黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品 1 mL に酢酸（100）1 mL 及び硫酸 3 滴を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

比 重〈2.56〉 d^{15}_{15}：0.860 ～ 0.873

純度試験 「エタノール」の純度試験を準用する．

貯 法

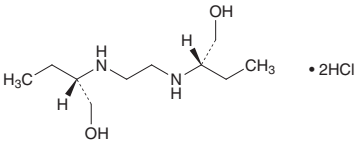
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器.

エタンブトール塩酸塩

Ethambutol Hydrochloride

塩酸エタンブトール



$C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$：277.23

2,2′-(Ethylenediimino)bis[(2*S*)-butan-1-ol] dihydrochloride

[*1070-11-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エタンブトール塩酸塩（$C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.4 ～ 4.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 40 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 20 mL を加え，1 時間放置する．生じた沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 193 ～ 197 ℃ である．

（3） 本品の水溶液（1 → 30）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：+5.5 ～ +6.1°（乾燥後，5 g，水，50 mL，200 mm）．

融 点〈2.60〉 200 ～ 204 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 2-アミノブタノール 本品 5.0 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に 2-アミノ-1-ブタノール 0.05 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/塩酸/水混液（11：7：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，105 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，ニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液を均等に噴霧し，風乾後，105 ℃ で 5 分間加

熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

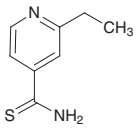
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 20 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 1.8 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 7 mL を振り混ぜながら加えた後，水を加えて正確に 50 mL とし，遠心分離する．その上澄液 10 mL を正確に量り，pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水 100 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：Cu-PAN 試液 0.15 mL）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が淡赤色を経て淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.772 mg $C_{10}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

エチオナミド

Ethionamide



$C_8H_{10}N_2S$：166.24

2-Ethylpyridine-4-carbothioamide ［*536-33-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチオナミド（$C_8H_{10}N_2S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（3 → 160000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 161 ～ 165 ℃

純度試験

（1） 酸 本品 3.0 g にメタノール 30 mL を加え，加温して溶かし，更に水 90 mL を加え，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 80 mL にクレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に，試料溶液 0.2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液（6：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットで，標準溶液（2）のスポットより濃いものは 1 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

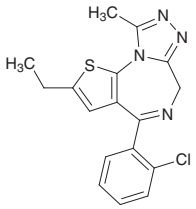
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.62 mg $C_8H_{10}N_2S$

貯 法 容 器 密閉容器．

エチゾラム

Etizolam



$C_{17}H_{15}ClN_4S$：342.85

4-(2-Chlorophenyl)-2-ethyl-9-methyl-6*H*-thieno[3,2-*f*][1,2,4]triazolo[4,3-*a*][1,4]diazepine

［*40054-69-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチゾラム（$C_{17}H_{15}ClN_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，アセトニトリル又は無水酢酸にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　146 ～ 149 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 20 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエチゾラム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエチゾラムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かして 1000 mL とした液に，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.5 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：エチゾラムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエチゾラムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たエチゾラムのピーク面積が，標準溶液のエチゾラムのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 0.02 g ずつを移動相に溶かし，50 mL とする．この液 1 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，エチゾラムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第 2 変曲点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 17.14 mg $C_{17}H_{15}ClN_4S$

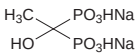
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エチドロン酸二ナトリウム

Etidronate Disodium



$C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99

Disodium dihydrogen（1-hydroxyethylidene）diphosphonate

［*7414-83-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.4 ～ 5.4 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えて 10 分間振り混ぜるとき，青色の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，希酢酸 2 mL を加えた後，遠心分離を行い，上澄液を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　亜リン酸塩　本品約 3.5 g を精密に量り，0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液に水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0 に調整した液 100 mL に溶かした後，0.05 mol/L

ヨウ素液 20 mL を正確に加え，直ちに密栓する．この液を暗所で 30 分間放置した後，酢酸（100）1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．亜リン酸塩（NaH_2PO_3）の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 5.199 mg NaH_2PO_3

（4） メタノール 本品約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し，メタノール（CH_4O）の量を求めるとき，0.1 % 以下である．

メタノール（CH_4O）の量（%）
$= (1/W) \times (A_T/A_S) \times (1/20) \times 0.79$

W：試料の秤取量（g）
0.79：メタノールの密度（g/mL）

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管に 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを充てんする．
カラム温度：130 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：メタノール及びエタノール（99.5）1 mL をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタノール，エタノールの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の試験を 6 回繰り返すとき，メタノールのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，210 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）5 mL を用いて調製した内径 10 mm のカラムに入れ，1 分間に約 1.5 mL の流速で流出させる．次に水 25 mL ずつを用いてカラムを 2 回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 12.50 mg $C_2H_6Na_2O_7P_2$

貯 法 容 器 気密容器．

エチドロン酸二ナトリウム錠
Etidronate Disodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$：249.99）を含む．

製 法 本品は「エチドロン酸二ナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.2 g に対応する量をとり，水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エチドロン酸二ナトリウム」の確認試験（1）を準用する．
（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「エチドロン酸二ナトリウム」0.4 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液の全量を減圧下蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）15 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．エタノールを除き，残留物を 150 ℃ で 4 時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1170 cm^{-1}，1056 cm^{-1}，916 cm^{-1}，811 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．
本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.22 mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用エチドロン酸二ナトリウムを 210 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.12，0.21 及び 0.24 mg を含む液となるように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及びそれぞれの標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに硫酸銅（Ⅱ）溶液（7 → 10000）2 mL を正確に加えた後，水を加えて正確に 10 mL とする．これらの液につき，硫酸銅（Ⅱ）溶液（7 → 10000）2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 233 nm における吸光度を測定する．標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウムの濃度 C_T を求めるとき，本品の 60 分間の溶出率は 85 % 以上である．

エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$= C_T \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

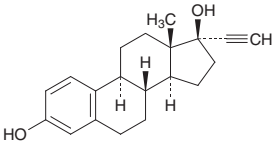
C_T：試料溶液に含まれるエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の濃度（μg/mL）

C：1 錠中のエチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチドロン酸二ナトリウム（$C_2H_6Na_2O_7P_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．ろ液 15 mL を正確に量り，以下「エチドロン酸二ナトリウム」の定量法を準用する．

貯 法 容 器 気密容器．

エチニルエストラジオール
Ethinylestradiol



$C_{20}H_{24}O_2$：296.40

17α-Ethynylestra-1,3,5(10)-triene-3,17β-diol ［*57-63-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジン又はテトラヒドロフランに溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）1 mL に溶かすとき，液は帯紫赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 2 mL を加えるとき，液は赤紫色に変わる．

（2） 本品 0.02 g を共栓試験管にとり，水酸化カリウム溶液（1 → 20）10 mL に溶かし，塩化ベンゾイル 0.1 g を加えて振り混ぜ，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 200 ～ 202 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−26 ～ −31°（乾燥後，0.1 g，ピリジン，25 mL，200 mm）．

融 点〈*2.60*〉 180 ～ 186 ℃ 又は 142 ～ 146 ℃.

純度試験 エストロン 本品 5 mg をエタノール（95）0.5 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン 0.05 g を加え，これに新たに製した希水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え，暗所に 1 時間放置した後，更にエタノール（95）10 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで同様に操作して製する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 29.64 mg $C_{20}H_{24}O_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エチニルエストラジオール錠
Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$：296.40）を含む．

製 法 本品は「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法で得た試料溶液 5 mL を蒸発乾固し，残留物を硫酸/エタノール（95）混液（2：1）2 mL に溶かすとき，液の色は淡赤色を呈し，黄色の蛍光を発する．この液に注意して水 4 mL を加えるとき，液の色は赤紫色に変わる．

（2） 定量法で得た試料溶液 10 mL をとり，これを蒸発乾固し，残留物に酢酸（31）0.2 mL 及びリン酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱するとき，液の色は紅色で，黄緑色の蛍光を発する．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を分液漏斗にとり，崩壊試験第 2 液 10 mL を加え，崩壊するまで振り混ぜた後，希硫酸 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜ，クロロホルム層を無水硫酸ナトリウム 5 g を置いたろ紙を通して三角フラスコ中にろ過する．水層は更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，同様に操作して先のろ液に合わせる．これを水浴上で窒素を送風しながら穏やかに蒸発し，残留物にメタノール 100 mL を正確に加えて溶かし，必要ならば遠心分離する．上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 40 ng を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし，試料溶液とする．別にエチニルエストラジオール標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，1 mL 中にエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 40 ng を含む液となるように調製し，標準溶液とする．共栓試験管 T，S 及び B に硫酸・メタノール試液 4 mL ずつを正確に量り，氷冷した後，試料溶液，標準溶液及びメタノールをそれぞれ正確に 1 mL ずつ加えて直ちに振り混ぜ，30 ℃ の水浴中に 40 分間放置した後，20 ℃ の水浴中に 5 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の

波長 460 nm，蛍光の波長 493 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 2500) \times (1 / x)$

W_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

定 量 法

（i） クロマトグラフィー管　内径 25 mm，長さ 300 mm の管を用い，下部にはガラスウールを入れ，この上に無水硫酸ナトリウム 5 g を入れる．

（ii） カラム　クロマトグラフィー用ケイソウ土 5 g をとり，200 mL のビーカーに入れ，これに 1 mol/L 塩酸試液 4 mL を加えてよくしみ込ませ，均一になるまでよく混ぜる．これをクロマトグラフィー管に少しずつ入れ，60 ～ 80 mm の層になるように圧さく棒で適度にかたく詰める．

（iii） 標準溶液　エチニルエストラジオール標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．

（iv） 試料　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，50 mL のビーカーに入れ，これに水 2 mL を加え，よく振り混ぜた後，更にクロロホルム 3 mL を加えてよく振り混ぜる．これにクロマトグラフィー用ケイソウ土 4 g を加え，内容物が器壁に付かなくなるまでよく混ぜて試料とする．

（v） 操作法　試料は漏斗を用いてカラムに加え，適度にかたく詰める．ビーカーに付着した試料はクロマトグラフィー用ケイソウ土 0.5 g を加えてよく混ぜた後，クロマトグラフィー管に入れる．更に，ビーカー及び圧さく棒に付着した試料はガラスウールでぬぐいとり，クロマトグラフィー管に入れる．これを圧さく棒で押し下げ，カラムの上部から軽く押さえる．カラムの高さは 110 ～ 130 mm にする．次にクロロホルム 70 mL を量り，クロマトグラフィー管の内壁を洗った後，残りをクロマトグラフィー管に入れる．流出速度は 1 分間 0.8 mL 以下とし，流出液を集める．流出が終わったらクロマトグラフィー管の下部を少量のクロロホルムで洗い込み，更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液 6 mL ずつを正確に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，これにイソオクタン 20 mL を加える．更に硫酸/メタノール混液（7：3）10 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜた後，暗所に 15 分間放置し，遠心分離する．ここで得た呈色液につき，クロロホルム 6 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 540 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

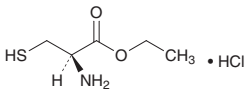
エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$

W_S：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　器　密閉容器．

L-エチルシステイン塩酸塩

Ethyl L-Cysteine Hydrochloride
塩酸エチルシステイン
塩酸 L-エチルシステイン



$C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$：185.67
Ethyl (2*R*)-2-amino-3-sulfanylpropanoate monohydrochloride
［*868-59-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-エチルシステイン塩酸塩（$C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は初め苦く，後に舌を焼くようである．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

融点：約 126 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－10.0 ～ －13.0°（乾燥後，2 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本操作は速やかに行う．本品及び *N*-エチルマレイミド 0.05 g ずつを移動相 5 mL に溶かし，30 分間放置し，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，標準溶液の L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体に対する相対保持時間が約 0.7 の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液の L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体のピーク面積より大きくない．また試料溶液の L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体及び *N*-エチルマレイミド以外の各々のピーク面積は，標準溶液の L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体のピーク面積の 1/3 より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（2：1）

流量：L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体の保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.05 g，L-システイン塩酸塩一水和物 0.01 g 及び *N*-エチルマレイミド 0.05 g を移動相 25 mL に溶かし，30 分間放置する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，L-システインの *N*-エチルマレイミド付加体，L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体，*N*-エチルマレイミドの順に溶出し，各成分が完全に分離し，L-システインの *N*-エチルマレイミド付加体と L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体の分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得た L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体のピーク高さが 10 ～ 20 mm になるように調整する．

面積測定範囲：L-エチルシステインの *N*-エチルマレイミド付加体の保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン(V)，5 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を共栓フラスコに精密に量り，新たに煮沸し，窒素気流中で 5 ℃ 以下に冷却した水 10 mL に溶かし，あらかじめ 5 ℃ 以下に冷却した 0.05 mol/L ヨウ素液 20 mL を正確に加え，30 秒間放置した後，5 ℃ 以下に冷却しながら 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 18.57 mg $C_5H_{11}NO_2S \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

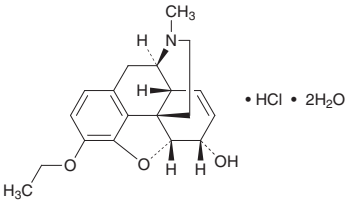
エチルモルヒネ塩酸塩水和物

Ethylmorphine Hydrochloride Hydrate

エチルモルヒネ塩酸塩

塩酸エチルモルヒネ

ジオニン



$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl \cdot 2H_2O$：385.88

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-ethoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-6-ol monohydrochloride dihydrate

［*125-30-4*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エチルモルヒネ塩酸塩（$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl$：349.85）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

融点：約 123 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－103 ～ －106°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分 〈*2.48*〉 8.0 ～ 10.0 %（0.25 g，容量滴定法，直接滴

定).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (0.5 g).

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.99 mg $C_{19}H_{23}NO_3$・HCl

貯 法

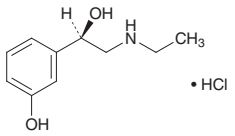
保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

エチレフリン塩酸塩

Etilefrine Hydrochloride

塩酸エチレフリン



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69

(1*RS*)-2-Ethylamino-1-(3-hydroxyphenyl)ethanol monohydrochloride [*943-17-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) 98.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール (99.5) に溶けやすく，酢酸 (100) にやや溶けにくい.

本品は光によって徐々に黄褐色に着色する.

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない.

確認試験

(1) 本品 5 mg を薄めた塩酸 (1 → 1000) 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 本品の水溶液 (1 → 1000) は塩化物の定性反応 (2)〈1.09〉を呈する.

融 点〈2.60〉 118 ～ 122 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

(2) 酸又はアルカリ 本品の水溶液 (1 → 50) 10 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.2 mL を加えるとき，液は黄色を呈する. この液に液が赤色を呈するまで 0.01 mol/L 塩酸を加えるとき，その量は 0.4 mL 以下である.

(3) 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.85 g をとり，試験を行う. 比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.020 % 以下).

(4) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 30 mL 及び酢酸 (100) 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH 3.3 に調整し，水を加えて 50 mL とする. これを検液とし，試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，4 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，酢酸 (100) 20 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.77 mg $C_{10}H_{15}NO_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

エチレフリン塩酸塩錠

Etilefrine Hydrochloride Tablets

塩酸エチレフリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するエチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl：217.69) を含む.

製 法 本品は「エチレフリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エチレフリン塩酸塩」5 mg に対応する量をとり，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，よく振り混ぜた後，更に薄めた塩酸 (1 → 1000) 40 mL を加えてろ過する. ろ液につき，薄めた塩酸 (1 → 1000) を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 271 ～ 275 nm に吸収の極大を示す.

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品 1 個をとり，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，以下定量法を準用する.

エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) の量 (mg)

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量 (mg)

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする. エチレフリン塩酸塩 ($C_{10}H_{15}NO_2$・HCl) 約 5 mg に対応する量を精密に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) 60 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，薄めた塩酸 (1 → 1000) を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する. 初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする. 別に定量用塩酸エチレフリンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) に溶かし，正確に 100 mL とする. 更にこの液 10 mL を正確に量り，薄めた塩酸 (1 → 1000) を加えて，正確に 100 mL とし，

標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエチレフリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

エチレフリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

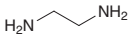
W_S：定量用塩酸エチレフリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g を水 940 mL 及びアセトニトリル 500 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.3 に調整する．
流量：エチレフリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：硫酸バメタン 4 mg 及び塩酸エチレフリン 4 mg を，移動相に溶かし，50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチレフリン，バメタンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エチレフリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

エチレンジアミン

Ethylenediamine



$C_2H_8N_2$：60.10
Ethane-1,2-diamine ［*107-15-3*］

本品は定量するとき，エチレンジアミン（$C_2H_8N_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，アンモニアようの特異なにおいがある．
本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．
本品は腐食性及び刺激性がある．
本品は空気中に放置するとき，徐々に変化する．
比重　d^{20}_{20}：約 0.898

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．
（2）　本品 2 滴を硫酸銅（Ⅱ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，青紫色を呈する．
（3）　本品 0.04 g に塩化ベンゾイル 6 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，時々振り混ぜながら 2 ～ 3 分間加温する．生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗い，エタノール（95）8 mL を加え加温して溶かす．直ちに水 8 mL を加え，冷却し，生じた結晶をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 247 ～ 251 ℃ である．

純度試験
（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をるつぼに量り，水浴上で蒸発乾固した後，ゆるくふたをし，弱く加熱して炭化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（2）　蒸発残留物　本品 5 mL を正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 3.0 mg 以下である．

蒸留試験〈2.57〉　114 ～ 119 ℃，95 vol% 以上．

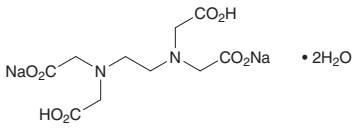
定 量 法　本品約 0.7 g を水 25 mL を入れた共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加え，1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモフェノールブルー試液 3 滴）．

1 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 30.05 mg $C_2H_8N_2$

貯　法
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．
容　　器　気密容器．

エデト酸ナトリウム水和物

Disodium Edetate Hydrate
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム
エデト酸ナトリウム
EDTA ナトリウム



$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$：372.24
Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate
［*6381-92-6*］

本品は定量するとき，エデト酸ナトリウム水和物（$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$・$2H_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．
本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし，クロム酸カリウム溶液（1 → 200）2 mL 及び三酸化二ヒ素試液 2 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．
（2）　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点

〈2.60〉は 240 ～ 244 ℃（分解）である．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.3 ～ 4.7 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） シアン化物　本品 1.0 g を丸底フラスコにとり，水 100 mL に溶かし，リン酸 10 mL を加えて蒸留する．受器にはあらかじめ 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーを用い，これに冷却器の先端を浸し，全量が 100 mL となるまで蒸留し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL を共栓試験管にとり，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，希酢酸で中和し，pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 5 mL 及び薄めたトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液（1 → 5）1.0 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和した後，2 ～ 3 分間放置し，ピリジン・ピラゾロン試液 5 mL を加えてよく混和し，20 ～ 30 ℃ で 50 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液 1.0 mL を正確に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 20 mL を共栓試験管にとり，以下試料溶液と同様に操作する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

強熱残分〈2.44〉 37 ～ 39 %（1 g）．

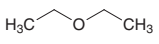
定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.1 mol/L 亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は，液の青色が赤色に変わるときとする．

0.1 mol/L 亜鉛液 1 mL ＝ 37.22 mg $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

貯　法　容　　器　密閉容器．

エーテル

Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether ［*60-29-7*］

本品はエーテル（$C_4H_{10}O$）96 ～ 98 % を含む（比重による）．

本品は少量のエタノール及び水を含む．

本品は麻酔用に使用できない．

性　状　本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）と混和する．

本品は水にやや溶けやすい．

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい．

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる．

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する．

沸点：35 ～ 37 ℃

比　重　d_{20}^{20}：0.718 ～ 0.721

純度試験

（1） 異臭　本品 10 mL を蒸発皿にとり，揮発して 1 mL とするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない．

（2） 酸　薄めたエタノール（4 → 5）10 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.5 mL を 50 mL の共栓フラスコに入れ，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が 30 秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品 25 mL を加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） アルデヒド　本品 10 mL をネスラー管にとり，水酸化カリウム試液 1 mL を加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ 2 時間放置するとき，ジエチルエーテル層及び水層は着色しない．

（4） 過酸化物　本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，デンプン試液 1 mL を加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない．

（5） 蒸発残留物　本品 140 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

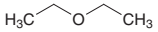
貯　法

保存条件　全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25 ℃以下で保存する．

容　　器　気密容器．

麻酔用エーテル

Anesthetic Ether



$C_4H_{10}O$：74.12

Diethyl ether ［*60-29-7*］

本品はエーテル（$C_4H_{10}O$）96 ～ 98 % を含む（比重による）．

本品は少量のエタノール及び水を含み，安定剤を加えることができる．

本品は容器から取り出した後，24 時間以上経過したときは麻酔用に使用できない．

性　状　本品は無色澄明の流動しやすい液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）と混和する．

本品は水にやや溶けやすい．

本品は極めて揮発しやすく，引火しやすい．

本品は空気及び光によって徐々に酸化され，過酸化物を生じる．

本品のガス及び空気の混合物は引火すると激しく爆発する．

沸点：35 ～ 37 ℃

比　重〈2.56〉　d^{20}_{20}：0.718 ～ 0.721

純度試験

（1） 異臭　本品 10 mL を蒸発皿にとり，揮発して 1 mL とするとき，異臭はない．また，残液を無臭のろ紙上に滴下して揮発させるとき，異臭を発しない．

（2） 酸　薄めたエタノール（4 → 5）10 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.5 mL を 50 mL の共栓フラスコに入れ，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，液が赤色を呈し，振り混ぜてその色が 30 秒間持続する赤色を呈するようにする．この液に本品 25 mL を加え，密栓し，穏やかに振り混ぜた後，再び振り混ぜながら，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） アルデヒド　本品 10 mL 及び亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 1000）1 mL をあらかじめ 200 mL の共栓フラスコに入れた水 100 mL に加え，密栓して 10 秒間激しく振り混ぜ，遮光して冷所に 30 分間放置する．次にデンプン試液 2 mL を加え，液が微青色を呈するまで，0.01 mol/L ヨウ素液を滴加する．これに炭酸水素ナトリウム約 2 g を加えて振り混ぜ，液の青色を消した後，薄めた 0.01 mol/L ヨウ素液（9 → 40）1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．ただし，操作中の溶液の温度は 18 ℃ 以下とする．

（4） 過酸化物　本品 10 mL をネスラー管にとり，新たに製したヨウ化カリウム溶液（1 → 10）1 mL を加え，光を遮り，しばしば振り混ぜ 1 時間放置し，デンプン試液 1 mL を加えてよく振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層及び水層は呈色しない．

（5） 蒸発残留物　本品 50 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

貯　法

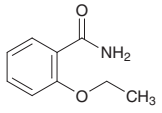
保存条件　全満せずに入れ，遮光して，火気を避け，25 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

エテンザミド

Ethenzamide

エトキシベンズアミド



$C_9H_{11}NO_2$：165.19

2-Ethoxybenzamide　［938-73-8］

本品を乾燥したものは定量するとき，エテンザミド（$C_9H_{11}NO_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は約 105 ℃ でわずかに昇華し始める．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，穏やかに加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.2 g に臭化水素酸 10 mL を加え，還流冷却器を付け，穏やかに 1 時間煮沸した後に冷却し，生じた結晶性の沈殿をろ取し，氷冷した水 5 mL ずつで 3 回洗った後，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 158 ～ 161 ℃ である．

融　点〈2.60〉　131 ～ 134 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉　本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉　本品 0.40 g に硝酸カリウム 0.3 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，冷後，残留物を希硫酸 10 mL に溶かし，白煙が発生するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

（5） サリチルアミド　本品 0.20 g を薄めたエタノール（2 → 3）15 mL に溶かし，希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びエテンザミド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれに 70 mL のエタノール（95）を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール（95）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

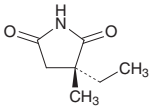
エテンザミド（$C_9H_{11}NO_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エテンザミド標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

エトスクシミド

Ethosuximide



及び鏡像異性体

$C_7H_{11}NO_2$：141.17

(2*RS*)−2−Ethyl−2−methylsuccinimide ［*77−67−8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトスクシミド（$C_7H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色のパラフィン状の固体又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール，エタノール（95），ジエチルエーテル又は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

融点：約 48 ℃

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g をエタノール（95）1 mL に溶かし，酢酸銅（Ⅱ）一水和物溶液（1 → 100）3 滴を加え，わずかに加温した後，水酸化ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を滴加するとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 酸無水物　本品 0.50 g をエタノール（95）1 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて 5 分間放置した後，水 3 mL を加えて混和する．5 分間放置した後に比較するとき，液の赤～赤紫色は次の比較液より濃くない．

比較液：無水コハク酸 70 mg をエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム・塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加え，以下同様に操作する．

（6） シアン化物　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 滴，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加え，穏やかに加温した後，希硫酸を加えて酸性にするとき，15 分以内に青色の沈殿を生じないか又は青色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 0.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

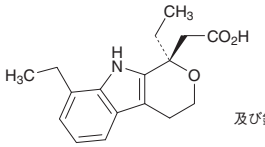
定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 14.12 mg $C_7H_{11}NO_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

エトドラク

Etodolac



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{21}NO_3$：287.35

2−［(1*RS*)−1,8−Diethyl−1,3,4,9−tetrahydropyrano［3,4−*b*］indol−1−yl］acetic acid

［*41340−25−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エトドラク（$C_{17}H_{21}NO_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

融点：約 147 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤

入り）を用いて調製した薄層板を，L-アスコルビン酸 0.5 g をメタノール/水混液（4：1）100 mL に溶かした液を 2 cm の高さまで入れた展開槽に入れ，下端から 3 cm の高さまで展開した後，30 分間風乾する．この薄層板の下端から 2.5 cm の位置に試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを速やかにスポットし，直ちに，トルエン/エタノール（95)/酢酸（100）混液（140：60：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール（99.5）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 28.74 mg $C_{17}H_{21}NO_3$

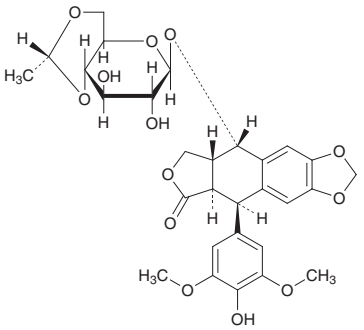
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エトポシド

Etoposide



$C_{29}H_{32}O_{13}$：588.56

(5*R*,5a*R*,8a*R*,9*S*)-9-{[4,6-*O*-(1*R*)-Ethylidene-β-D-glucopyranosyl]oxy}-5-(4-hydroxy-3,5-dimethoxyphenyl)-5,8,8a,9-tetrahydrofuro[3′,4′:6,7]naphtho[2,3-*d*][1,3]dioxol-6(5a*H*)-one ［*33419-42-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エトポシド（$C_{29}H_{32}O_{13}$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約 260 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエトポシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエトポシド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－100 ～ －105°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエトポシド以外のピーク面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のエトポシド以外のピークの合計面積は，標準溶液のエトポシドのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエトポシドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 50 μL から得たエトポシドのピーク面積が標準溶液のエトポシドのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エトポシドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びエトポシド標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エトポシド（$C_{29}H_{32}O_{13}$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　2,6-ジクロロフェノールのメタノール溶液（3 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：290 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸ナトリウム十水和物 6.44 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）に溶かし，1000 mL とした液にアセトニトリル 250 mL を加える．

流量：エトポシドの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，移動相 8 mL を加えてよく振り混ぜる．薄めた酢酸（100）（1 → 25）0.1 mL 及びフェノールフタレイン試液 0.1 mL を加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加える．15 分間放置後，薄めた酢酸（100）（1 → 25）0.1 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エトポシド及びエトポシドのピークに対する相対保持時間が約 1.3 のピークの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエトポシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

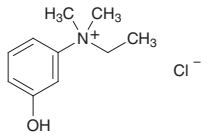
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エドロホニウム塩化物

Edrophonium Chloride

塩化エドロホニウム



$C_{10}H_{16}ClNO$：201.69

N-Ethyl-3-hydroxy-*N*,*N*-dimethylanilinium chloride

［*116-38-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸又はジエチルエーテルにはほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエドロホニウム塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　166 ～ 171 ℃（分解）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.50 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（16：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.17 mg $C_{10}H_{16}ClNO$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

エドロホニウム塩化物注射液

Edrophonium Chloride Injection

塩化エドロホニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するエドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$：201.69）を含む．

製　法　本品は「エドロホニウム塩化物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「エドロホニウム塩化物」0.04 g に対応する容量をとり，硝酸バリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，「エドロホニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．

（2）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　6.5 ～ 8.0

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のエドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，カラム（50 ～ 150 μm の弱塩基性 DEAE-架橋デキストラン陰イオン交換体（Cl 型）10 mL を内径約 2 cm，高さ約 10 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，水 25 mL を用いて 1 分間 1 ～ 2 mL の速度で流出する．次に水 25 mL を用いて 1 分間 1 ～ 2 mL の速度でカラムを 2 回洗う．洗液は先の流出液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL 及び塩化ナトリウム 5 g を加え，ジエチルエーテル/ヘキサン混液（1：1）20 mL で 4 回洗い，水層を分取し，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にエドロホニウム塩化物標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 273 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エドロホニウム塩化物（$C_{10}H_{16}ClNO$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エドロホニウム塩化物標準品の秤取量（mg）

貯　法

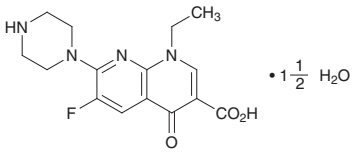
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

エノキサシン水和物

Enoxacin Hydrate

エノキサシン



$C_{15}H_{17}FN_4O_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：347.34

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydro-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid sesquihydrate

［*84294-96-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エノキサシン（$C_{15}H_{17}FN_4O_3$：320.32）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，クロロホルムに極めて溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.02 g 及びナトリウム 0.05 g を試験管に入れ，注意して徐々に赤熱するまで加熱する．冷後，メタノール 0.5 mL を加え，更に水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する．この液に希酢酸 2 mL を加えてろ過した液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.05 g を希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100 mL とする．この液 1 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　225 ～ 229 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g を希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液 30 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL，希水酸化ナトリウム試液 25 mL，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム/メタノール混液（7：3）25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1

mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（7：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 7.0 ～ 9.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.03 mg $C_{15}H_{17}FN_4O_3$

貯 法

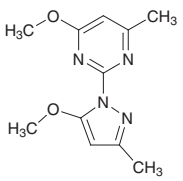
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エピリゾール

Epirizole

メピリゾール



$C_{11}H_{14}N_4O_2$：234.25

4-Methoxy-2-(5-methoxy-3-methyl-1*H*-pyrazol-1-yl)-6-methylpyrimidine ［*18694-40-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エピリゾール（$C_{11}H_{14}N_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けにくい．

本品は希塩酸又は硫酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にバニリン 0.1 g，水 5 mL 及び硫酸 2 mL を加えてしばらく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 163 ～ 169 ℃ である．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 88 ～ 91 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を硝酸カリウム 0.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.2 g をすり混ぜた混合物に加えてよくかき混ぜ，これを少量ずつ赤熱した白金るつぼに加え，反応が終わるまで赤熱する．冷後，残留物に希硫酸 15 mL 及び水 5 mL を加え，5 分間煮沸してろ過し，不溶物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/エタノール（95）/水混液（23：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（6） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

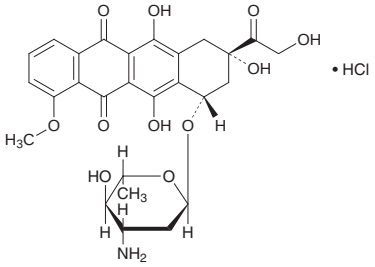
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 23.43 mg $C_{11}H_{14}N_4O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

エピルビシン塩酸塩

Epirubicin Hydrochloride

塩酸エピルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*, 4*S*)−4−(3−Amino−2, 3, 6−trideoxy−α−L−*arabino*−hexopyranosyloxy)−2, 5, 12−trihydroxy−2−hydroxyacetyl−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione monohydrochloride

［*56390−09−1*］

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エピルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微帯黄赤色～帯褐赤色の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95) に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びエピルビシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋310 ～ ＋340°（脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの 10 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 10 mg を水 2 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 50 mg を水 5 mL に溶かすとき，液は濃赤色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)．

（3）　類縁物質　定量法の試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりエピルビシン及び 2−ナフタレンスルホン酸以外のピークの合計量を求めるとき，5.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエピルビシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL に移動相を加えて 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たエピルビシンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のエピルビシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

（4）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約 0.3 g を精密に量り，内標準溶液 0.6 mL を正確に加えた後，*N*, *N*−ジメチルホルムアミドを加えて溶かして 6 mL とし，試料溶液とする．別にメタノール 1 mL を正確に量り，*N*, *N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とし，標準原液とする．アセトン 125 μL，エタノール（99.5）30 μL，1−プロパノール 32 μL 及び標準原液 17 μL をそれぞれ正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，*N*, *N*−ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，エタノール，1−プロパノール及びメタノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Sa}，Q_{Tb} 及び Q_{Sb}，Q_{Tc} 及び Q_{Sc} 並びに Q_{Td} 及び Q_{Sd} を求める．次式によりアセトン，エタノール，1−プロパノール及びメタノールの量を求めるとき，それぞれ 1.5 % 以下，0.5 % 以下，0.5 % 以下及び 0.1 % 以下である．

アセトンの量（%）＝（1 / W_T）×（Q_{Ta} / Q_{Sa}）× 593

エタノールの量（%）＝（1 / W_T）×（Q_{Tb} / Q_{Sb}）× 142

1−プロパノールの量（%）＝（1 / W_T）×（Q_{Tc} / Q_{Sc}）× 154

メタノールの量（%）＝（1 / W_T）×（Q_{Td} / Q_{Sd}）× 2.23

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　1, 4−ジオキサンの *N*, *N*−ジメチルホルムアミド溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを厚さ 1 μm で被覆する．

カラム温度：注入後，40 ℃ を 11 分間，その後，毎分 10 ℃ で 90 ℃ まで昇温し，必要ならば，次に毎分 50 ℃ で 130 ℃ まで昇温する．その後，130 ℃ を 30 分間保持する．

注入口温度：120 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：150 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する．

スプリット比：1：15

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，エタノール，1-プロパノール，内標準物質の順に流出し，アセトンと内標準物質の分離度は 30 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトン，メタノール，エタノール及び 1-プロパノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 8.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品及びエピルビシン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エピルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：エピルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムの水/アセトニトリル/メタノール/リン酸混液（540：290：170：1）溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 6 μm の液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を量り，水/アセトニトリル/メタノール/リン酸混液（540：290：170：1）を加えて溶かし，1000 mL とする．

流量：エピルビシンの保持時間が約 9.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エピルビシンの順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

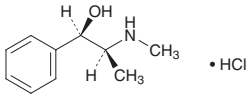
保存条件　0 ～ 5 ℃ に保存する．

容　　器　気密容器．

エフェドリン塩酸塩

Ephedrine Hydrochloride

塩酸エフェドリン



$C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69

(1*R*,2*S*)-2-Methylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride ［*50-98-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 15）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－33.0 ～ －36.0°（乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

融　点〈*2.60*〉 218 ～ 222 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩　本品 0.05 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は変化しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液のエフェドリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 128）/アセトニトリル/リン酸混液（640：360：1）

流量：エフェドリンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエフェドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のエフェドリンのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：定量用塩酸エフェドリン 1 mg 及び硫酸アトロピン 4 mg を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エフェドリン，アトロピンの順に溶出し，それぞれのピークの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.17 mg $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

エフェドリン塩酸塩散 10%

10% Ephedrine Hydrochloride Powder

塩酸エフェドリン散

塩酸エフェドリン散 10%

本品は定量するとき，エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製 法

エフェドリン塩酸塩	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品 0.5 g に水 100 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，水 150 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間超音波抽出し，10 分間振り混ぜた後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

エフェドリン塩酸塩錠

Ephedrine Hydrochloride Tablets

塩酸エフェドリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$：201.69）を含む．

製 法 本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05 g に対応する量をとり，水 100 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間超音波抽出し，10 分間振り混ぜた後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液

体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

エフェドリン塩酸塩注射液

Ephedrine Hydrochloride Injection
塩酸エフェドリン注射液

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl：201.69）を含む．

製　法　本品は「エフェドリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．
pH：4.5 ～ 6.5

確認試験　本品の表示量に従い「エフェドリン塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 249 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉　7.5 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のエフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl）約 40 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸エフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

エフェドリン塩酸塩（$C_{10}H_{15}NO$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

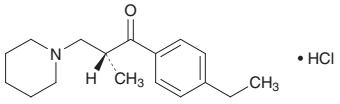
W_S：定量用塩酸エフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「エフェドリン塩酸塩」の純度試験（4）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，エフェドリンの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

エペリゾン塩酸塩

Eperisone Hydrochloride
塩酸エペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{25}NO$・HCl：295.85
(2*RS*)-1-(4-Ethylphenyl)-2-methyl-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride ［*56839-43-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エペリゾン塩酸塩（$C_{17}H_{25}NO$・HCl）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすい．
融点：約 167 ℃（分解）．
本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験
（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 50）は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 塩酸ピペリジン 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，薄めた塩酸（1 → 2）2.0 mL，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）2.0 mL 及びアンモニア水（28）1.5 mL を加え，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン溶液（1 → 1000）2.0 mL をとり，水 18 mL を加え，薄めた塩酸（1 → 2）2.0 mL，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）2.0 mL 及びアンモニア水（28）1.5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にイソプロピルエーテル/二硫化炭素混液（3：1）10 mL ずつを加え，30 秒間振り混ぜ，2 分間放置した後，それぞれの上層の液の色を比較するとき，試料溶液から得た液の色は標準溶液から得た液の色より濃くない．

（3） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエペリゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の 1/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.0375 mol/L 1-デカンスルホン酸ナトリウム試液/過塩素酸混液（600：400：1）

流量：エペリゾンの保持時間が約 17 分になるように調整する．

面積測定範囲：エペリゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たエペリゾンのピーク面積が，標準溶液のエペリゾンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エペリゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エペリゾンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 0.20 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

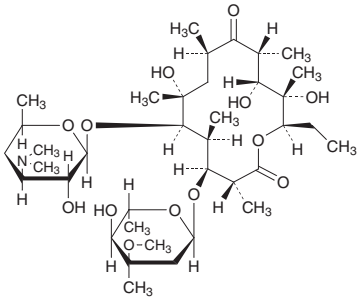
定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.58 mg $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

エリスロマイシン

Erythromycin



$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide ［*114-07-8*］

本品は，*Saccharopolyspora erythraea* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びエリスロマイシン標準品 10 mg ずつをメタノール 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−71 ～ −78°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，薄めた塩酸（1 → 2）の代わりに塩酸を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 40 mg をメタノール 2 mL に溶かした後，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエリスロマイシン標準品 16 mg をメタノール 2 mL に溶かし，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準原液とする．エリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C 5 mg ずつをメタノール 2 mL に溶かした後，標準原液 2 mL を正確に加え，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（15：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C のピーク面積は，それぞれ標準溶液のエリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C のピーク面積より大きくない．また，エリスロマイシン，エリスロマイシン B 及びエリスロマイシン C 以外の各々のピーク面積は，標準溶液のエリスロマイシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g を水に溶かして 100 mL とし，薄めたリン酸（1 → 10）で pH 9.0 に調整する．この液 50 mL に，*t*-ブチルアルコール 190 mL 及びアセトニトリル 30 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：エリスロマイシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエリスロマイシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：*N*-デメチルエリスロマイシン 2 mg を標準溶液 10 mL に溶かす．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*-デメチルエリスロマイシン，エリスロマイシン C，エリスロマイシン，エリスロマイシン B の順に溶出し，*N*-デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシン C の分離度は 0.8 以上，*N*-デメチルエリスロマイシンとエリスロマイシンの分離度は 5.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，エリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

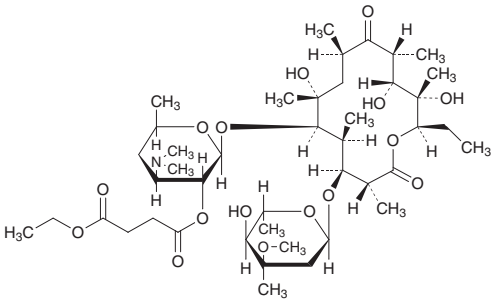
貯 法 容 器 密閉容器．

エリスロマイシンエチルコハク酸エステル

Erythromycin Ethylsuccinate

エチルコハク酸エリスロマイシン

コハク酸エリスロマイシンエチル



$C_{43}H_{75}NO_{16}$：862.05

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-[3,4,6-Trideoxy-2-*O*-(3-ethoxycarbonylpropanoyl)-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy]-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide ［*41342-53-4*］

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 780 ～ 900 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水 分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

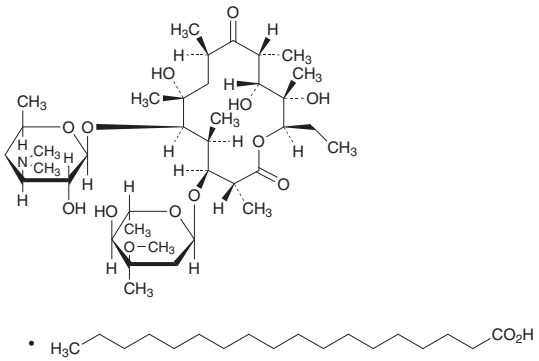
（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

エリスロマイシンステアリン酸塩

Erythromycin Stearate

ステアリン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{18}H_{36}O_2$：1018.40

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide monostearate ［*643-22-1*］

本品は，エリスロマイシンのステアリン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 600 ～ 720 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水 分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

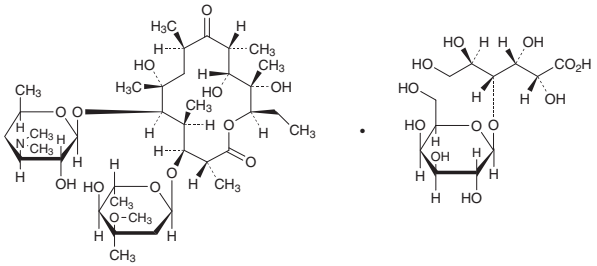
（iv） 試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

エリスロマイシンラクトビオン酸塩

Erythromycin Lactobionate

ラクトビオン酸エリスロマイシン



$C_{37}H_{67}NO_{13}$・$C_{12}H_{22}O_{12}$：1092.22

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide mono(4-*O*-*β*-D-galactopyranosyl-D-gluconate)　［*3847-29-8*］

本品は，エリスロマイシンのラクトビオン酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 590 ～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，エリスロマイシン（$C_{37}H_{67}NO_{13}$：733.93）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトンに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 3 mg にアセトン 2 mL を加え，更に塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～暗紫色に変わる．

（2） 本品約 0.3 g にアンモニア試液 15 mL を加えた後，クロロホルム 15 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液をクロロホルム 15 mL で 3 回洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール/水混液（3：2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にラクトビオン酸 0.10 g をメタノール/水混液（3：2）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（3：3：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，105 ℃で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは暗褐色を呈し，標準溶液から得た主スポットの色調及び R_f 値と等しい．

pH〈*2.54*〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

水　分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする

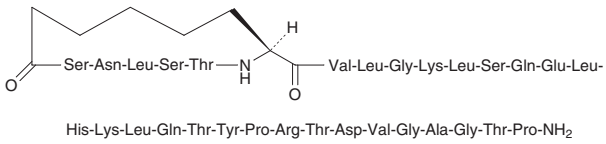
（iii） 標準溶液　エリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

エルカトニン

Elcatonin



$C_{148}H_{244}N_{42}O_{47}$：3363.77

［*60731-46-6*］

本品は定量するとき，水分，酢酸を除いたペプチド 1 mg 当たり 5000 ～ 7000 エルカトニン単位を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液（1 → 500）の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

確認試験　本品 5 mg を水 5 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸　本品約 1 mg を加水分解用試験管にとり，フェノール塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封

し，110±2 ℃ で 24 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物に 0.02 mol/L 塩酸試液約 1 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に L-アスパラギン酸 1.33 mg，L-トレオニン 1.19 mg，L-セリン 1.05 mg，L-グルタミン酸 1.47 mg，L-プロリン 1.15 mg，グリシン 0.75 mg，L-アラニン 0.89 mg，L-バリン 1.17 mg，L-2-アミノスベリン酸 1.89 mg，L-ロイシン 1.31 mg，L-チロジン 1.81 mg，塩酸 L-リジン 1.83 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 2.10 mg 及び塩酸 L-アルギニン 2.11 mg を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する 14 種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアラニンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 1.7 ～ 2.2，トレオニンは 3.5 ～ 4.2，セリンは 2.4 ～ 3.0，グルタミン酸は 2.7 ～ 3.2，プロリンは 1.7 ～ 2.2，グリシンは 2.7 ～ 3.2，バリンは 1.6 ～ 2.2，2-アミノスベリン酸は 0.8 ～ 1.2，ロイシンは 4.5 ～ 5.2，チロジンは 0.7 ～ 1.2，リジンは 1.7 ～ 2.2，ヒスチジンは 0.8 ～ 1.2 及びアルギニンは 0.7 ～ 1.2 である．

操作条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm 及び 570 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 8 cm のステンレス管に 3 μm のスチレンジビニルベンゼン共重合体にスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：50 ～ 65 ℃ の範囲で変化させる．

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 1 分

移動相：それぞれのナトリウムイオン濃度が 0.10 mol/L，0.135 mol/L，1.26 mol/L 及び 0.20 mol/L の緩衝液 A，緩衝液 B，緩衝液 C 及び緩衝液 D．ただし，緩衝液 A，緩衝液 B，緩衝液 C 及び緩衝液 D を用いてナトリウムイオン濃度として 0.10 mol/L から 1.26 mol/L まで段階的に変化させる．

	緩衝液の組成			
	A	B	C	D
クエン酸一水和物	8.85 g	7.72 g	6.10 g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	3.87 g	10.05 g	26.67 g	—
水酸化ナトリウム	—	—	2.50 g	8.00 g
塩化ナトリウム	3.54 g	1.87 g	54.35 g	—
エタノール（95）	60.0 mL	—	—	60.0 mL
チオジグリコール	5.0 mL	5.0 mL	—	—
精製水	適量	適量	適量	適量
全　量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 407 g，酢酸（100）245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL を混和した後，水を加えて 2000 mL とし約 20 分間窒素を通じながらかき混ぜ，A 液とする．別に，1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に，ニンヒドリン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え，約 20 分間窒素を通じながらかき混ぜ，B 液とする．A 液及び B 液を使用前混和する．

移動相流量：アルギニンの保持時間が約 75 分になるように調整する．

反応試薬流量：毎分約 0.2 mL

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，2-アミノスベリン酸，ロイシン，チロジン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

純度試験

（1） 酢酸　本品 3 ～ 6 mg を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに精密に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別に酢酸（100）約 0.5 g を精密に量り，内標準溶液を加えて溶かし正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，酢酸の量は 7.0 % 以下である．

酢酸（CH_3COOH）の量（%）

$= (W_{ST} / W_{SA}) \times (Q_T / Q_S) \times 50$

W_{ST}：酢酸（100）の秤取量（g）

W_{SA}：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　クエン酸一水和物の水溶液（1 → 4000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 13.2 g を水 900 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

流量：酢酸の保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，クエン酸の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

（2） 類縁物質　本品 1.0 mg をトリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（2：1）1 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.3 mL を正確に量り，トリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（2：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のエルカトニン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のエルカトニン以外のピーク

の合計面積は，標準溶液のエルカトニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：トリフルオロ酢酸試液/アセトニトリル混液（混合比を 85：15 から 30 分後に 55：45 になるようにする）

流量：エルカトニンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 2 mg をエルカトニン試験用トリプシン試液 200 μL に溶かす．この液を 37 ℃ で 1 時間加温し，その後，酢酸（100）1 滴を加え，95 ℃ で 1 分間加熱する．この液 10 μL に試料溶液 50 μL を加え，混ぜ合わせる．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エルカトニンのピークの直前に溶出するピークとエルカトニンのピークの分離度が 2.0 以上であり，かつ，エルカトニンの保持時間が約 25 分のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たエルカトニンのピーク高さが 50 ～ 200 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロマトグラム上に現れる濃度勾配が規則的に変化し続ける範囲

水　分〈*2.48*〉　本品 1 ～ 3 mg を速やかに精密に量り，電量滴定法により試験を行うとき，水分は 8.0 % 以下である．ただし，秤量は 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で行う．

窒素含量　本品の 0.015 ～ 0.02 g を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，水分及び酢酸を除いたペプチドに対し，16.1 ～ 18.7 % である．

定 量 法

（i）　試験動物　体重 90 ～ 110 g の健康なスプラグ・ドゥリー系雄ラットを用い，試験前 3 日間以上飼育室で一定の飼料及び水を与えて飼育する．

（ii）　エルカトニン用溶解液　酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g に水を加えて溶かし 200 mL とし，ウシ血清アルブミン 0.2 g を加え酢酸（100）で pH が 6.0 になるように調整する．用時製する．

（iii）　標準溶液　エルカトニン標準品にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その 1 mL 中に正確に 0.075 単位及び 0.0375 単位を含む溶液とし，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（iv）　試料溶液　本品の 0.5 ～ 2.0 mg を 25±2 ℃，相対湿度 50±5 % の条件下で速やかに精密に量り，エルカトニン用溶解液を加えて溶かし，その 1 mL 中に高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L に相当する単位を含む溶液を調製し，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（v）　エルカトニン用除たん白液　トリクロロ酢酸 160 g 及び塩化ストロンチウム 30.6 g に水を加えて 3600 mL とする．

（vi）　操作法　試験動物を 4 群に分け，各群は 10 匹以上で同数とする．各試験動物は注射前 18 ～ 24 時間飼料を与えないで，試験中は最後の採血が終わるまで水をも与えない．また，試験中は試験動物に強い刺激を与えないように注意して取り扱う．

投与は次に示すように標準溶液及び試料溶液を各試験動物の尾静脈に 1 匹当たり正確に 0.2 mL ずつ注射する．

第 1 群　S_H　　第 3 群　T_H

第 2 群　S_L　　第 4 群　T_L

注射 1 時間後，エーテル麻酔下で各試験動物の頸動脈及び頸静脈から試験を行うのに十分な量の血液をとり，この血液を遠心分離して血清を分取し，（vii）によってその血清カルシウムを定量する．

（vii）　血清カルシウム定量法　血清 0.3 mL を正確にとり，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に 3 mL とし，よく振り混ぜた後遠心分離し，その上澄液をカルシウム定量用試料溶液とする．別に原子吸光光度用カルシウム標準液 1 mL を正確にとり，塩化ナトリウム溶液（17→ 2000）を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エルカトニン用除たん白液を加えて正確に 50 mL とし，カルシウム定量用標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により吸光度 A_T 及び A_S を測定する．また，水 1 mL をとり，以下標準溶液と同様に操作して得た液につき吸光度 A_0 を測定する．

血清 100 mL 中のカルシウム（Ca）の量（mg）

$$= 0.01 \times \{(A_T - A_0) / (A_S - A_0)\} \times 10 \times 100$$

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

（viii）　計算法　（vii）血清カルシウム定量法において，S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た血清 100 mL 中のカルシウムの量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

水分，酢酸を除いたペプチド 1 mg 当たりの単位数

$$= \mathrm{antilog}\, M \times (S_H\ 1\ \mathrm{mL}\ \text{中の単位数}) \times (b / a)$$

$$M = 0.3010 \times (Y_a / Y_b)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）×〔100 − {水分含量（%）＋ 酢酸含量（%）} / 100〕

b：試料にエルカトニン用溶解液を加えて溶かし，高用量試料溶液を製した時の全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する表中の F より小さい．また，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.20 以下であ

る．もし，F' が F を，また L が 0.20 を越えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，あるいは実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2 / 4fs^2$$

f：各群の試験動物の数

$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$

$\sum y^2$：各群の y_1, y_2, y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し合計した値

$Y = Y_1{}^2 + Y_2{}^2 + Y_3{}^2 + Y_4{}^2$

$n = 4(f - 1)$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$C = Y_b{}^2 / (Y_b{}^2 - 4fs^2t^2)$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2=F$	n	$t^2=F$	n	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　8 ℃ 以下で保存する．

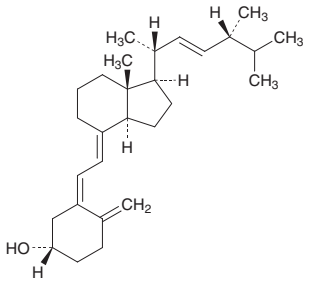
容　　器　気密容器．

エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

カルシフェロール

ビタミン D_2



$C_{28}H_{44}O$：396.65

(3*S*, 5*Z*, 7*E*, 22*E*)−9, 10−Secoergosta−5, 7, 10(19), 22−tetraen−3−ol ［*50−14−6*］

本品は定量するとき，エルゴカルシフェロール（$C_{28}H_{44}O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶けやすく，イソオクタンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：115 ～ 118 ℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター（減圧・2.67 kPa 以下）で 3 時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約 10 ℃ 下の温度に加熱した浴中に入れ，1 分間に 3 ℃ 上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（1）　本品 0.5 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，無水酢酸 0.3 mL 及び硫酸 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエルゴカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（265 nm）：455 ～ 485（10 mg，エタノール（95），1000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：+102 ～ +107°（0.3 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．この試験は開封後 30 分以内に溶かし，溶液調製後 30 分以内に測定する．

純度試験　エルゴステロール　本品 10 mg をとり，薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かし，ジギトニン 20 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かした液を加え，18 時間放置するとき，沈殿を生じない．

定 量 法　本品及びエルゴカルシフェロール標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれをイソオクタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 3 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶

液及び標準溶液 10～20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．ただし，操作はできるだけ空気又は他の酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて速やかに行う．

エルゴカルシフェロール（$C_{28}H_{44}O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：エルゴカルシフェロール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（997：3）

流量：エルゴカルシフェロールの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：エルゴカルシフェロール標準品 15 mg をイソオクタン 25 mL に溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で 2 時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ（主波長 254 nm）及び長波長ランプ（主波長 365 nm）を用いて 3 時間照射する．この液 10 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エルゴカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミン D_2，トランス-ビタミン D_2 及びタチステロール$_2$ の保持時間の比は約 0.5，約 0.6 及び約 1.1 であり，また，プレビタミン D_2 とトランス-ビタミン D_2 及びエルゴカルシフェロールとタチステロール$_2$ の分離度はそれぞれ 0.7 以上及び 1.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

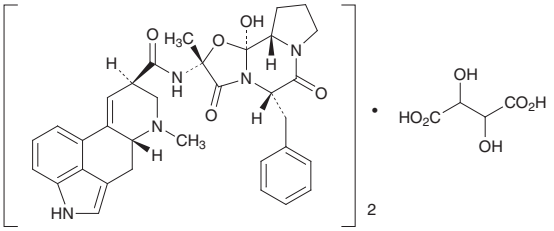
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

エルゴタミン酒石酸塩

Ergotamine Tartrate

酒石酸エルゴタミン



$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$：1313.41

(5′*S*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methylergotaman-3′,6′,18-trione hemitartrate ［*379-79-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，エルゴタミン酒石酸塩〔$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色～微黄白色若しくは灰白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けにくい．

融点：約 180 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg を酢酸（100）/酢酸エチル混液（1：1）10 mL に溶かし，この液 0.5 mL をとり，冷水中で振り混ぜながら硫酸 0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色を呈する．更にこの液に薄めた塩化鉄（Ⅲ）試液（1 → 12）0.1 mL を加えるとき，液の色は青色～青紫色に変わる．

（2）　本品 1 mg を酒石酸溶液（1 → 100）5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　エルゴタミン塩基〔α〕$^{20}_{D}$：－155 ～ －165°

本品 0.35 g をL-酒石酸溶液（1 → 100）25 mL に溶かし，炭酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて穏やかに十分に振り混ぜ，エタノール不含クロロホルム 10 mL ずつで 4 回抽出する．各クロロホルム抽出液は順次，エタノール不含クロロホルムで潤した小ろ紙を用いて 50 mL のメスフラスコにろ過し，20 ℃ の水浴中に 10 分間放置した後，20 ℃ のエタノール不含クロロホルムを加えて 50 mL とする．この液につき，層長 100 mm で旋光度を測定する．別にこの液 25 mL を正確に量り，減圧，45 ℃ 以下で蒸発乾固する．残留物を酢酸（100）25 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.05 mol/L 過塩素酸の消費量と旋光度からエルゴタミン塩基の比旋光度を計算する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.08 mg $C_{33}H_{35}N_5O_5$

純度試験　類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 40 mg をL-酒石酸の薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）10 mL に，よく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，L-酒石酸の薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液に

つき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）/無水酢酸混液（50：3）15 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 32.84 mg（$(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$）

貯 法

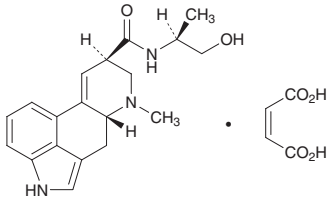
保存条件 遮光して，ほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して 5 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩

Ergometrine Maleate

マレイン酸エルゴメトリン



$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48

(8*S*)-*N*-[(1*S*)-2-Hydroxy-1-methylethyl]-6-methyl-9,10-didehydroergoline-8-carboxamide monomaleate

[*129-51-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 185 ℃（分解）．

本品は光によって徐々に黄色となる．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）は青色の蛍光を発する．

（2） 本品 1 mg を水 5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜ，5 ～ 10 分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+48 ～ +57°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） エルゴタミン又はエルゴトキシン 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，沸騰するまで加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（3） 類縁物質 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品 5.0 mg ずつをとり，メタノール 1 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル及び希水酸化ナトリウム試液を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．また，試料溶液には，標準溶液のスポットに対応する位置以外にスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.2 g，シリカゲル，4 時間）．

定 量 法 本品及びエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 4 mL を正確に加え，45 ℃ で 10 分間加温した後，室温で 20 分間放置する．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩錠

Ergometrine Maleate Tablets

マレイン酸エルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48）を含む．

製 法 本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3 mg に対応する量をとり，温湯 15 mL を加えて振り混ぜ，ろ過するとき，ろ液は青色の蛍光を発する．また，このろ液につき，「エルゴメトリンマレイン酸塩」の確認試験（2）及び（3）を準用する．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，1 mL 中にエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 40 μg を含む液となるように L-酒石酸溶液（1 → 100）V mL を正確に加え，密栓して 30 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 8 mL を正確に加え，振り混ぜた後，常温で 1 時間放置する．これらの液につき，水 4 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 2 mg に対応する量を精密に量り，ガラスろ過器（G4）に入れ，L-酒石酸溶液（1 → 100）10 mL を加え，よくかき混ぜながらろ過する．更に同様の操作を 3 回繰り返し，全ろ液を合わせ，L-酒石酸溶液（1 → 100）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 2 mg を精密に量り，L-酒石酸溶液（1 → 100）に溶かし正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL を正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯法

保存条件 遮光して保存する．
容器 密閉容器．

エルゴメトリンマレイン酸塩注射液

Ergometrine Maleate Injection
マレイン酸エルゴメトリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：441.48）を含む．

製法 本品は「エルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：2.7 ～ 3.5

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「エルゴメトリンマレイン酸塩」3 mg に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 15 mL とし，試料溶液とする．試料溶液は青色の蛍光を発する．

（2） （1）の試料溶液 1 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL で抽出する．ジエチルエーテル抽出液に希硫酸 1 mL を加えて振り混ぜた後，水浴上でジエチルエーテルを留去し，冷後，残留液に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加え，5 ～ 10 分間放置するとき，液は深青色を呈する．

（3） （1）の試料溶液 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

採取容量 〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定量法 本品のエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，この液に塩化ナトリウムを 1 mL につき 0.3 g の割合で加え，次にジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，振り混ぜて抽出する．更にジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出し，全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，無水硫酸ナトリウム 5 g を加え，脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテル 5 mL ずつで 3 回洗う．洗液をろ液に合わせ，希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，加温しながら窒素を送りジエチルエーテルを留去する．残留液に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 2 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，以下「エルゴメトリンマレイン酸塩」の定量法を準用する．

エルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{19}H_{23}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：エルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯法

保存条件 遮光して，冷所に保存する．
容器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

塩化亜鉛
Zinc Chloride

$ZnCl_2$：136.32

本品は定量するとき，塩化亜鉛（$ZnCl_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末，棒状又は塊で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすいが，わずかに混濁することがある．この混濁は塩酸少量を加えるとき澄明となる．

本品 1.0 g を水 2 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 5.3 である．

本品は潮解性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 30）は亜鉛塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水 10 mL 及び塩酸 2 滴を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（3）　アンモニウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）10 mL を加えて加温するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4）　重金属　本品 0.5 g をネスラー管にとり，水 5 mL に溶かし，シアン化カリウム試液 15 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，5 分間後に白色の背景を用いて上方から直ちに観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液 2.5 mL に水 3 mL 及びシアン化カリウム試液 15 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 1 滴を加える（50 ppm 以下）．

（5）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g を水 120 mL に溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL をとり，硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで 600 ℃ で強熱するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

（7）　オキシ塩化物　本品 0.25 g に水 5 mL 及びエタノール（95）5 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，1 mol/L 塩酸 0.30 mL を加えるとき，液は澄明である．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，希塩酸 0.4 mL 及び水を加えて溶かし正確に 200 mL とし，この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 1.363 mg $ZnCl_2$

貯 法 容 器　気密容器．

塩化インジウム（^{111}In）注射液
Indium（^{111}In）Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はインジウム-111 を塩化インジウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準の塩化インジウム（^{111}In）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液である．

塩化カリウム
Potassium Chloride

KCl：74.55

本品を乾燥したものは定量するとき，塩化カリウム（KCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）はカリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 5.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を正確に加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　臭化物　本品 1.0 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に希塩酸 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加え，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 3 滴を振り混ぜながら滴加するとき，クロロホルム層は黄色～黄赤色を呈しない．

（4）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜ，30 分間放置し，再び振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 4.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6）　カルシウム又はマグネシウム　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL，シュウ酸アンモニウ

ム試液 2 mL 及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ナトリウム　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，130 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 7.455 mg KCl

貯 法 容 器　気密容器．

塩化カルシウム水和物

Calcium Chloride Hydrate

塩化カルシウム

$CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01

本品は定量するとき，塩化カルシウム水和物（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）96.7 ～ 103.3 % を含む．

性 状　本品は白色の粒又は塊で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は潮解性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 9.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 次亜塩素酸塩　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 2 ～ 3 滴及びヨウ化亜鉛デンプン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 鉄，アルミニウム又はリン酸塩　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 20 mL 及び希塩酸 1 滴を加えて溶かした後に煮沸する．冷後，アンモニア試液 3 滴を加え，沸騰するまで加熱するとき，液は混濁又は沈殿を生じない．

（6） バリウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 2 滴及び硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 40 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え，更に NN 指示薬 0.1 g を加えた後，直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝ 2.940 mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

塩化カルシウム注射液

Calcium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応する塩化カルシウム（$CaCl_2$：110.98）を含む．

本品の濃度は塩化カルシウム（$CaCl_2$）の量で表示する．

製 法　本品は「塩化カルシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品はカルシウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.5

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.30 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の塩化カルシウム（$CaCl_2$）約 0.4 g に対応する容量を正確に量り，以下「塩化カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝ 2.220 mg $CaCl_2$

貯 法 容 器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

塩化タリウム（^{201}Tl）注射液

Thallium（^{201}Tl）Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はタリウム-201 を塩化第一タリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準の塩化タリウム（^{201}Tl）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性 状　本品は無色澄明の液である．

塩化ナトリウム

Sodium Chloride

食塩

NaCl：58.44

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し塩化ナトリウム（NaCl）99.0 ～ 100.5 % を含む．

◆**性 状** 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

◆（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．◆

（2） 酸又はアルカリ 本品 20.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 0.5 mL を加えるとき，液の色は黄色である．また，試料溶液 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.1 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3） 硫酸塩 （2）の試料溶液 7.5 mL に水を加えて 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液（1 → 4）3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸（31）0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（4） リン酸塩 （2）の試料溶液 2.0 mL に 2 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び水を加えて 100.0 mL とし，これに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 4 mL 及び塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 0.1 mL を加え，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：リン酸標準液 1.0 mL に 2 mol/L 硫酸試液 12.5 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とする．この液 100 mL に七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 4 mL 及び塩化スズ（Ⅱ）・塩酸試液 0.1 mL を加え，以下同様に操作する．

（5） 臭化物 （2）の試料溶液 0.50 mL に水 4.0 mL，希フェノールレッド試液 2.0 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（1 → 10000）1.0 mL を加え，直ちに混和する．2 分間放置後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 0.15 mL を加えて混和した後，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に臭化カリウム溶液（3 → 1000000）5.0 mL をとり，希フェノールレッド試液 2.0 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（1 → 10000）1.0 mL を加え，直ちに混和する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 590 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

（6） ヨウ化物 本品 5 g に新たに製したデンプン試液/0.5 mol/L 硫酸試液/亜硝酸ナトリウム試液混液（1000：40：3）0.15 mL を滴加して潤し，5 分間放置し，直射日光下で観察するとき，青色を呈しない．

（7） フェロシアン化合物 本品 2.0 g を水 6 mL に溶かし，硫酸鉄（Ⅱ）七水和物溶液（1 → 100）/硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物の薄めた硫酸（1 → 400）溶液（1 → 100）混液（19：1）0.5 mL を加えるとき，液は 10 分以内に青色を呈しない．

◆（8） 重金属〈*1.07*〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（3 ppm 以下）．◆

（9） 鉄 （2）の試料溶液 10 mL にクエン酸一水和物溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，アンモニア試液でアルカリ性とした後，水を加えて 20 mL とする．5 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：鉄標準液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL にクエン酸一水和物溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，以下同様に操作する．

（10） バリウム （2）の試料溶液 5.0 mL に水 5.0 mL 及び希硫酸 2.0 mL を加え，2 時間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：（2）の試料溶液 5.0 mL に水 7.0 mL を加え，2 時間放置する．

（11） マグネシウム及びアルカリ土類金属 水 200 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.1 g，pH 10 の塩化アンモニウム緩衝液 10 mL，0.1 mol/L 硫酸亜鉛液 1 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.2 g を加え，40 ℃ に加温する．この液に 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を液の赤紫色が青紫色になるまで滴加する．この液に本品 10.0 g を水 100 mL に溶かした液及び 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき，液の色は青紫色である．

◆（12） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．◆

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品約 50 mg を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

◆貯 法 容 器 気密容器.◆

10% 塩化ナトリウム注射液
10% Sodium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，塩化ナトリウム（NaCl：58.44）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む.

製 法

塩化ナトリウム	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する.

性 状 本品は無色澄明の液で，塩味がある.

本品は中性である.

確認試験 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

エンドトキシン〈4.01〉 3.6 EU/mL 未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴).

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

塩酸
Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素（HCl：36.46）35.0 ～ 38.0 % を含む.

性 状 本品は無色の液で，刺激性のにおいがある.

本品は発煙性であるが，2 倍容量の水で薄めると，発煙性はなくなる.

比重 d^{20}_{20}：約 1.18

確認試験

（1） 本品の液面にアンモニア試液で潤したガラス棒を近づけるとき，濃い白煙を生じる.

（2） 本品の水溶液（1 → 100）は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 15 mL に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3.0 mL に水 5 mL 及び塩化バリウム試液 5 滴を加え，1 時間放置するとき，液は混濁しない.

（2） 亜硫酸塩 （1）の試料溶液 3.0 mL に水 5 mL 及びヨウ素試液 1 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

（3） 臭化物又はヨウ化物 （1）の試料溶液 10 mL を共栓試験管にとり，クロロホルム 1 mL 及び 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない.

（4） 臭素又は塩素 （1）の試料溶液 10 mL を共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液 5 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて 1 分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない.

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下).

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.7 mL をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下).

（7） 水銀 本品 20 mL に水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈2.23〉（冷蒸気方式）により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 8 mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.04 ppm 以下).

強熱残分〈2.44〉 本品 10 mL を正確に量り，硫酸 2 滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は 1.0 mg 以下である.

定 量 法 共栓フラスコに水 20 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 3 mL を加えて再び精密に量る．次に水 25 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 ～ 3 滴).

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 36.46 mg HCl

貯 法 容 器 気密容器.

希塩酸
Dilute Hydrochloric Acid

本品は定量するとき，塩化水素（HCl：36.46）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む.

性 状 本品は無色の液で，においはなく，強い酸味がある.

比重 d^{20}_{20}：約 1.05

確認試験 本品の水溶液（1 → 30）は青色リトマス紙を赤変し，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する.

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 3.0 mL に水 5 mL 及び塩化バリウム試液 5 滴を加え，1 時間放置するとき，液は混濁しない.

（2） 亜硫酸塩 本品 3.0 mL に水 5 mL 及びヨウ素試液 1 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

（3） 臭化物又はヨウ化物 本品 10 mL を共栓試験管にとり，クロロホルム 1 mL 及び 0.002 mol/L 過マンガン酸カ

リウム液 1 滴を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（4） 臭素又は塩素　本品 10 mL を共栓試験管にとり，ヨウ化カリウム試液 5 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて 1 分間振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈しない．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 9.5 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（3 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉　本品 4.0 mL をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（0.5 ppm 以下）．

（7） 水銀　本品 80 mL に水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法〈*2.23*〉（冷蒸気方式）により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 8 mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした液につき，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.01 ppm 以下）．

強熱残分〈*2.44*〉　本品 10 mL を正確に量り，硫酸 2 滴を加えて蒸発乾固し，更に強熱するとき，残分は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品 10 mL を正確に量り，水 20 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 ～ 3 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 36.46 mg HCl

貯 法 容 器　気密容器．

塩酸リモナーデ

Hydrochloric Acid Lemonade

製 法

希 塩 酸	5 mL
単シロップ	80 mL
精 製 水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，リモナーデ剤の製法により用時製する．

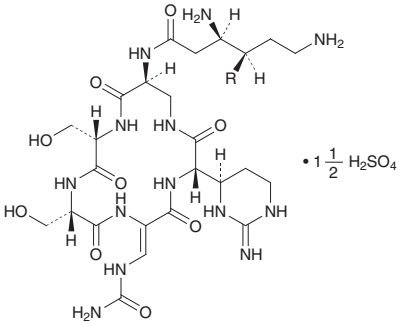
性 状　本品は無色澄明の液で，甘味及び清涼な酸味がある．

貯 法 容 器　気密容器．

エンビオマイシン硫酸塩

Enviomycin Sulfate

硫酸エンビオマイシン



ツベラクチノマイシン N：R = OH
ツベラクチノマイシン O：R = H

ツベラクチノマイシン N 硫酸塩
$C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：832.81
ツベラクチノマイシン O 硫酸塩
$C_{25}H_{43}N_{13}O_9\cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：816.81

ツベラクチノマイシン N 硫酸塩
(3*R*, 4*R*)-*N*-[(3*S*, 9*S*, 12*S*, 15*S*)-9, 12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2, 5, 8, 11, 14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1, 4, 7, 10, 13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3, 6-diamino-4-hydroxyhexanamide sesquisulfate
[*33103-22-9*，ツベラクチノマイシン N]

ツベラクチノマイシン O 硫酸塩
(3*S*)-*N*-[(3*S*, 9*S*, 12*S*, 15*S*)-9, 12-Bis(hydroxymethyl)-3-[(4*R*)-2-iminohexahydropyrimidin-4-yl]-2, 5, 8, 11, 14-pentaoxo-6-(*Z*)-ureidomethylene-1, 4, 7, 10, 13-pentaazacyclohexadec-15-yl]-3, 6-diaminohexanamide sesquisulfate
[*33137-73-4*，ツベラクチノマイシン O]

本品は，*Streptomyces griseoverticillatus* var. *tuberacticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 770 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ツベラクチノマイシン N（$C_{25}H_{43}N_{13}O_{10}$：685.69）としての量を質量（力価）で示す．

性 状　本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に水酸化ナトリウム試液 1.5 mL を加え，更に，硫酸銅（Ⅱ）試液 3 mL に 0.01 mol/L クエン酸試液を加えて 100 mL とした液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）2 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−16 ～ −22°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

成分含量比 本品 0.1 g を水に溶かして 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，自動積分法によりツベラクチノマイシン N 及びツベラクチノマイシン O（ツベラクチノマイシン N に対する相対保持時間 1.4±0.4）のピーク面積 A_{T1} 及び A_{T2} を測定するとき，$A_{T2}/(A_{T1}+A_{T2})$ は 0.090 ～ 0.150 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム試液/1,4−ジオキサン/テトラヒドロフラン/水/アンモニア水（28）混液（100：75：50：23：2）

流量：ツベラクチノマイシン N の保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ツベラクチノマイシン N，ツベラクチノマイシン O の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ツベラクチノマイシン N のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

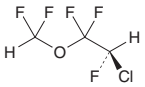
（iii） 標準溶液 エンビオマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 400 μg（力価）及び 100 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 400 μg（力価）及び 100 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

エンフルラン

Enflurane



及び鏡像異性体

$C_3H_2ClF_5O$：184.49

(2*RS*)−2−Chloro−1−(difluoromethoxy)−1,1,2−trifluoroethane

［*13838−16−9*］

性 状 本品は無色澄明の液である．

本品は水に溶けにくい．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は揮発性で引火性はない．

本品は旋光性を示さない．

沸点：54 ～ 57 ℃

確認試験

（1） 本品 50 μL をとり，水 40 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.302 ～ 1.304

比 重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.520 ～ 1.540

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却した水 60 mL を加え，3 分間振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は紫色である．また，試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.06 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 20 g をとり，水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．この液 10 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，試料注入直後の空気のピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，エンフルラン以外の物質の量は 0.10 % 以下である．

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールコハク酸エステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：エンフルランの保持時間が約 3 分になるように調整する．

面積測定範囲：エンフルランの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 1 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，2-プロパノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たエンフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のエンフルランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：エンフルラン 5 mL と 2-プロパノール 5 mL を混和する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，エンフルラン，2-プロパノールの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，エンフルランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 蒸発残留物　本品 65 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

水　分〈*2.48*〉 0.10 % 以下（10 g，容量滴定法，直接滴定）．

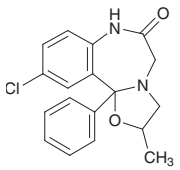
貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

オキサゾラム

Oxazolam



$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$：328.79

10-Chloro-2-methyl-11b-phenyl-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one　[*24143-17-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサゾラム（$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，1,4-ジオキサン又はジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 187 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にエタノール（95）10 mL を加え，加熱して溶かした後，塩酸 1 滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える．

（2） 本品 0.01 g をとり，希塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱して溶かし，冷却する．この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り，エタノール（95）50 mL 及び 6 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え，還流冷却器を付け 5 時間加熱還流する．冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 4）で中和した後，ジクロロメタン 30 mL で抽出する．抽出液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール 20 mL を加え水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 96 ～ 100 ℃ である．

（4） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（246nm）：410 ～ 430（乾燥後，1mg，エタノール（95），100 mL）．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とし，この液を検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉に

より試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン/アセトン混液（8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.65 g を精密に量り，酢酸(100)/1,4-ジオキサン混液（1：1）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.88 mg $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$

貯 法

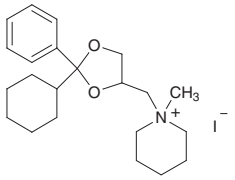
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキサピウムヨウ化物

Oxapium Iodide

ヨウ化オキサピウム



$C_{22}H_{34}INO_2$：471.42

1-(2-Cyclohexyl-2-phenyl-1,3-dioxolan-4-ylmethyl)-1-methylpiperidinium iodide ［6577-41-9］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサピウムヨウ化物（$C_{22}H_{34}INO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし，希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 2 mL を加えるとき，帯緑黄色の沈殿を生じる．

融 点〈2.60〉 198 ～ 203 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.05 g を水/アセトニトリル混液（1：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ～ 30 ℃ の一定温度

移動相：酢酸（100）57 mL 及びトリエチルアミン 139 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 50 mL にアセトニトリル 500 mL，希酢酸 10 mL 及び水 440 mL を加える．

流量：オキサピウムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.05 g 及びベンゾフェノン 3 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，オキサピウム，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たオキサピウムのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：ヨウ化物イオンのピークの後からオキサピウムの保持時間の約 6 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（9：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法，白金電極）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 47.14 mg $C_{22}H_{34}INO_2$

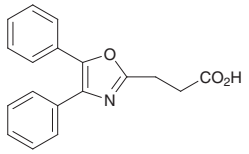
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキサプロジン

Oxaprozin



$C_{18}H_{15}NO_3$：293.32

3-(4,5-Diphenyloxazol-2-yl)propanoic acid ［*21256-18-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキサプロジン（$C_{18}H_{15}NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（285 nm）：455 ～ 495（乾燥後，10 mg，メタノール，1000 mL）．

融　点〈*2.60*〉　161 ～ 165 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL，3 mL 及び 1 mL をそれぞれ正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，それぞれ標準溶液（2），（3）及び（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液並びに標準溶液（1），（2），（3）及び（4）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）混液（99：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液（1），（2），（3）及び（4）より得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，主スポット以外に検出されるものの総和は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 29.33 mg $C_{18}H_{15}NO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

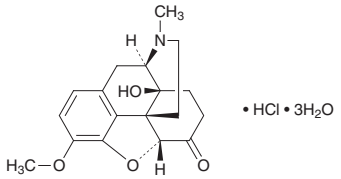
容　　器　気密容器．

オキシコドン塩酸塩水和物

Oxycodone Hydrochloride Hydrate

塩酸オキシコドン

オキシコドン塩酸塩



$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87

(5*R*)-4,5-Epoxy-14-hydroxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-one monohydrochloride trihydrate

［*124-90-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，オキシコドン塩酸塩（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl：351.82）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－140 ～ －149°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　モルヒネ　本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3）　コデイン　本品 10 mg を硫酸 5 mL に溶かし，塩

化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えて加温するとき，液は青色を呈しない．また，硝酸を 1 滴加えるとき，液は赤色を呈しない．

（4） テバイン　本品 0.10 g を薄めた塩酸（1 → 10）2 mL に溶かし，水浴中で 25 分間加熱し，冷後，塩酸 4-アミノアンチピリン試液 0.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 100）0.5 mL を加えて振り混ぜ，次にアンモニア試液 2 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 12 ～ 15 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.18 mg $C_{18}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

複方オキシコドン注射液

Compound Oxycodone Injection

複方ヒコデノン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$：405.87）0.74 ～ 0.86 w/v% 及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O：275.73）0.18 ～ 0.22 w/v% を含む．

製　法

オキシコドン塩酸塩水和物	8　g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2　g
注 射 用 水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 4.0

確認試験

（1） 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（オキシコドン）．

（2） 本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる（ヒドロコタルニン）．

（3） 本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 3 mL に溶かし，タンニン酸のエタノール（95）溶液（1 → 20）2 滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する（ヒドロコタルニン）．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4$・HCl・$3H_2O$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 1.1536 \times (1 / 25)$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3$・HCl・H_2O）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 1.0699 \times (1 / 25)$

W_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量（mg）

W_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチン 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

複方オキシコドン・アトロピン注射液

Compound Oxycodone and Atropine Injection

ヒコアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：405.87）0.74 ～ 0.86 w/v%，ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$：275.73）0.18 ～ 0.22 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83〕0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

オキシコドン塩酸塩水和物	8　g
ヒドロコタルニン塩酸塩水和物	2　g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3　g
注射用水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 4.0

確認試験

（1）　本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる（オキシコドン）．

（2）　本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈し，加熱するとき，赤色に変わり，次に濃だいだい赤色に変わる（ヒドロコタルニン）．

（3）　本品 1 mL を水浴上で蒸発し，残留物を硫酸 3 mL に溶かし，タンニン酸のエタノール（95）溶液（1 → 20）2 滴を加えて放置するとき，液は濃緑色を呈する（ヒドロコタルニン）．

（4）　本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 0.5 mL を加え，1 時間放置した後，遠心分離する．上澄液をとり，アセトンを沈殿が生じなくなるまで加え，20 分間放置した後，再び遠心分離する．上澄液に液が淡紫色を呈するまで水酸化カリウム試液を加え，ジクロロメタン 5 mL を加えて振り混ぜた後，ジクロロメタン液を分取し，この液 0.5 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物に発煙硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する（アトロピン）．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　オキシコドン塩酸塩水和物及びヒドロコタルニン塩酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

オキシコドン塩酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 1.1536 \times (1 / 25)$

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物（$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 1.0699 \times (1 / 25)$

W_{Sa}：脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの秤取量（mg）

W_{Sb}：定量用塩酸ヒドロコタルニンの秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチン 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する．

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，オキシコドン，ヒドロコタルニンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

（2）　アトロピン硫酸塩水和物　本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に薄めた希塩酸（1 → 10）10 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，直ちにジクロロメタン 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたろ紙を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固する．残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え，密栓して 60 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加える．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/50) \times 1.0276$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　臭化水素酸ホマトロピン溶液（1 → 4000）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル−メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 ～ 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム．

流量：アトロピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，アトロピンの順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

貯　法

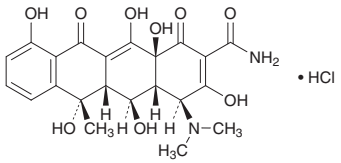
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

オキシテトラサイクリン塩酸塩

Oxytetracycline Hydrochloride

塩酸オキシテトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$：496.89

(4*S*, 4a*R*, 5*S*, 5a*R*, 6*S*, 12a*S*)−4−Dimethylamino−3, 5, 6, 10, 12, 12a−hexahydroxy−6−methyl−1, 11−dioxo−1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a−octahydrotetracene−2−carboxamide monohydrochloride 〔*2058−46−0*〕

本品は，*Streptomyces rimosus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 880 ～ 945 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，オキシテトラサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_9$：460.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 20 mg を水 3 mL に溶かし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：−188 ～ −200°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に 4−エピオキシテトラサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，4−エピオキシテトラサイクリン原液とする．また，塩酸テトラサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸テトラサイクリン原液とする．更に β−アポオキシテトラサイクリン 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，β−アポオキシテトラサイクリン原液とする．4−エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL，塩酸テトラサイクリン原液 4 mL 及び β−アポオキシテトラサイクリン原液 40 mL をそれぞれ正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の 4−エピオキシテトラサイクリン及びテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくなく，試料溶液のオキシテトラサイクリンに対する相対保持時間が約 2.1 の α−アポオキシテトラサイクリンのピーク及び β−アポオキシテトラサイクリンのピーク並びにその間にあるピークの合計面積は，標準溶液の β−アポオキシテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の主ピークの後に溶出する 2−アセチル−2−デカルボキサミドオキシテトラサイクリンのピーク面積は，標準溶液の 4−エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン−ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.33 mol/L リン酸二水素カリウム試液 60 mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液（1 → 100）100 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1 → 2500）10 mL 及び水 200 mL を混和し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 7.5 に調整する．更に *t*−ブチルアルコール 30 g を加え，水を加えて 1000 mL とする．

移動相 B：0.33 mol/L リン酸二水素カリウム試液 60 mL，硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液（1 →

100）50 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1 → 2500）10 mL 及び水 200 mL を混和し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 7.5 に調整する．更に *t*-ブチルアルコール 100 g を加え，水を加えて 1000 mL とする．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 20	70 → 10	30 → 90
20 ～ 35	10 → 20	90 → 80

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオキシテトラサイクリンの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：4-エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得た 4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液の 4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：α-アポオキシテトラサイクリン 8 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし，α-アポオキシテトラサイクリン原液とする．試料溶液 3 mL，4-エピオキシテトラサイクリン原液 2 mL，塩酸テトラサイクリン原液 6 mL，β-アポオキシテトラサイクリン原液 6 mL 及び α-アポオキシテトラサイクリン原液 6 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-エピオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリン，テトラサイクリン，α-アポオキシテトラサイクリン，β-アポオキシテトラサイクリンの順に溶出し，4-エピオキシテトラサイクリンとオキシテトラサイクリン，オキシテトラサイクリンとテトラサイクリン及び α-アポオキシテトラサイクリンと β-アポオキシテトラサイクリンの分離度は，それぞれ 4 以上，5 以上及び 4 以上であり，オキシテトラサイクリンのピークのシンメトリー係数は 1.3 以下である．

システムの再現性：4-エピオキシテトラサイクリン原液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，4-エピオキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びオキシテトラサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めた塩酸（1 → 100）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール（3 → 20）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のオキシテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

オキシテトラサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_9$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：オキシテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：263 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.402 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 9.306 g を水 700 mL に溶かし，メタノール 300 mL を加えた後，希塩酸を加えて pH を 4.5 に調整する．

流量：オキシテトラサイクリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，オキシテトラサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

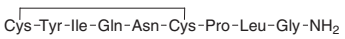
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキシトシン

Oxytocin



$C_{43}H_{66}N_{12}O_{12}S_2$：1007.19

［*50-56-6*］

本品は合成された子宮収縮成分の作用を持つペプチドである．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸物 1 mg 当たり 540 ～ 600 オキシトシン単位を含む．

性 状 本品は白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は塩酸試液に溶ける．

本品 0.10 g を新たに煮沸し冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

構成アミノ酸 本品約 1 mg を加水分解用試験管にとり，6 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，窒素置換後，減圧下密封し，110 ～ 115 ℃ で 16 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液を減圧で蒸発乾固し，残留物を 0.02 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-アスパラギン酸約 27 mg，L-トレオニン約 24 mg，L-セリン約 21 mg，L-グルタミン酸約 29 mg，L-プロリン約 23 mg，グリシン約 15 mg，L-アラニン約 18 mg，L-バリン約 23 mg，L-シスチン約 48 mg，メチオニン約 30 mg，L-イソロイシン約 26 mg，L-ロイシン約 26 mg，L-チロジン約 36 mg，フェニルアラニン約 33 mg，塩酸 L-リジン約 37 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物約 42 mg 及び塩酸 L-アルギニン約 42 mg をそれぞれ精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの構成するアミノ酸のロイシンに対するモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 0.95 ～ 1.05，グルタミン酸は 0.95 ～ 1.05，プロリンは 0.95 ～ 1.05，グリシンは 0.95 ～ 1.05，イソロイシンは 0.80 ～ 1.10，チロジンは 0.80 ～ 1.05 及びシスチンは 0.80 ～ 1.05 で，他のアミノ酸は，それぞれ 0.01 以下である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm 及び 570 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 8 cm のステンレス管に 3 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（ナトリウム型）を充てんする．

カラム温度：57 ℃ 付近の一定温度

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 1 分

移動相：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C を次の表に従って調製する．

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	19.80 g	22.00 g	6.10 g
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19 g	7.74 g	26.67 g
塩化ナトリウム	5.66 g	7.07 g	54.35 g
エタノール（99.5）	260.0 mL	20.0 mL	−
ベンジルアルコール	−	−	5.0 mL
チオジグリコール	5.0 mL	5.0 mL	−
ラウロマクロゴール溶液（1 → 4）	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量
全　量	2000 mL	1000 mL	1000 mL
pH	3.3	3.2	4.9

移動相の送液：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）
0 ～ 9	100	0	0
9 ～ 25	0	100	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100
61 ～ 80	0	0	100

反応試液：酢酸リチウム二水和物 407 g，酢酸（100）245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL を混和した後，水を加えて 2000 mL とし，窒素を 10 分間以上通じながらかき混ぜ，A 液とする．別に，1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に，ニンヒドリン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を加え，窒素を 30 分間以上通じながらかき混ぜ，B 液とする．A 液及び B 液を用時混和する．

移動相流量：毎分約 0.26 mL

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，バリン，シスチン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，アルギニンの順に溶出し，トレオニンとセリン，グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ 1.5，1.4 及び 1.2 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，アスパラギン酸，プロリン，バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 酢酸 本品約 15 mg を精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸（100）約 1 g を精密に量り，内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積

に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，酢酸の量は 6.0 ～ 10.0 % である．

酢酸（$C_2H_4O_2$）の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：酢酸（100）の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸の移動相溶液（1 → 10000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸 0.7 mL に水 900 mL を加え，8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とした液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．
流量：酢酸の保持時間が約 3 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に溶出し，その分離度は 14 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2） 類縁物質　本品 25 mg を移動相 A 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらのピーク面積を求めるとき，オキシトシン以外のそれぞれのピークの量は 1.5 % 以下である．また，オキシトシン以外のピークの合計量は 5.0 % 以下である．
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相，移動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：オキシトシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 50 μL から得たオキシトシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のオキシトシンのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．
システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（50 mg，電量滴定法）．

定 量 法　本品約 13000 単位に対応する量を精密に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品 1 バイアルを移動相 A に溶かし，1 mL 中に約 130 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の脱水及び脱酢酸物 1 mg 中の単位数
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100$

W_S：標準溶液 1 mL 中の単位数
W_T：脱水及び脱酢酸物に換算した本品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす．
移動相 B：水/アセトニトリル混液（1：1）
移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	70 → 40	30 → 60
30 ～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL
システム適合性
システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　2 ～ 8 ℃ で保存する．
容　　器　気密容器．

オキシトシン注射液
Oxytocin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたオキシトシン単位の 90.0 ～ 110.0 % を含む．

製　法　本品は「オキシトシン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH〈*2.54*〉　2.5 ～ 4.5

エンドトキシン〈*4.01*〉　10 EU/オキシトシン単位未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む溶液を調製し，試料溶液とする．別にオキシトシン標準品 1 バイアルを移動相 A に溶かし，正確に 20 mL とする．この液の適量を正確に量り，希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 mL 中の単位数 = $W_S \times (A_T / A_S) \times (b / a)$

W_S：標準溶液 1 mL 中の単位数

a：本品の秤取量（mL）

b：希釈液を加えて試料溶液を調製したときの全容量（mL）

希釈液：クロロブタノール 5 g，酢酸ナトリウム三水和物 1.1 g，酢酸（100）5 g 及びエタノール（99.5）6 mL を水に溶かし，1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす．

移動相 B：水/アセトニトリル混液（1：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	70 → 40	30 → 60
30 ～ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ～ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：オキシトシン及びバソプレシンを適量とり，移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.02 mg を含む液を調整する．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，バソプレシン，オキシトシンの順に溶出し，その分離度は 14 以上であり，オキシトシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

オキシドール
Oxydol

本品は定量するとき，過酸化水素（H_2O_2：34.01）2.5 ～ 3.5 w/v% を含む．本品は適当な安定剤を含む．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はオゾンようのにおいがある．

本品を放置するか，又は強く振り動かすとき，徐々に分解する．

本品は酸化剤又は還元剤と接触するとき，速やかに分解する．

本品はアルカリ性にするとき，激しく泡だって分解する．

本品は光によって変化する．

pH：3.0 ～ 5.0

比重　d^{20}_{20}：約 1.01

確認試験　本品 1 mL は過酸化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 25.0 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 mL に水 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL を加え，加熱して溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　有機安定剤　本品 100 mL をとり，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（3：2）50 mL，25 mL 及び 25 mL で抽出し，全抽出液を合わせ，質量既知の容器に入れ，水浴上で加熱してジエチルエーテル及びクロロホルムを留去し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 50 mg 以下である．

（5）　蒸発残留物　本品 20.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

定 量 法 本品 1.0 mL を正確に量り，水 10 mL 及び希硫酸 10 mL を入れたフラスコに加え，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL = 1.701 mg H_2O_2

貯 法

保存条件 遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

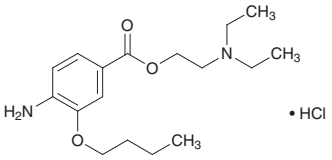
容 器 気密容器．

オキシブプロカイン塩酸塩

Oxybuprocaine Hydrochloride

塩酸オキシブプロカイン

塩酸ベノキシネート



$C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl：344.88

2-(Diethylamino)ethyl 4-amino-3-butyloxybenzoate monohydrochloride ［*5987-82-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシブプロカイン塩酸塩（$C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は塩辛く，舌を麻ひする．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 8 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液 3 mL を加えるとき，油状物を生じ，ガラス棒で器壁をこするとき，白色の結晶を析出する．これをろ取し，水から再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 5 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 103 ～ 106 ℃ である．

（3） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 158 ～ 162 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.25 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）/ギ酸混液（7：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.49 mg $C_{17}H_{28}N_2O_3$・HCl

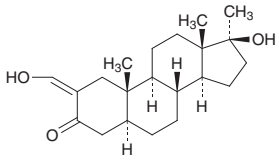
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

オキシメトロン

Oxymetholone



$C_{21}H_{32}O_3$：332.48

17β-Hydroxy-2-hydroxymethylene-17α-methyl-5α-androstan-3-one ［*434-07-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキシメトロン（$C_{21}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末でにおいはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色し，分解する．

確認試験

（1） 本品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.01 g をメタノールに溶かし，50 mL とする．この液 5 mL をとり，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする．この液につ

き，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋34 ～ ＋38°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 175 ～ 182 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1,4-ジオキサン 25 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に速やかにスポットする．風乾後直ちにトルエン/エタノール（99.5）混液（49：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 ～ 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL 及びメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，水酸化ナトリウム・メタノール試液 5 mL にメタノールを加えて 50 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 315 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

オキシメトロン（$C_{21}H_{32}O_3$）の量（mg）＝（A / 541）× 50000

貯 法

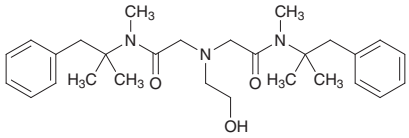
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

オキセサゼイン

Oxethazaine

オキセタカイン



$C_{28}H_{41}N_3O_3$：467.64

2,2′-(2-Hydroxyethylimino)bis[*N*-(1,1-dimethyl-2-phenylethyl)-*N*-methylacetamide] ［*126-27-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，オキセサゼイン（$C_{28}H_{41}N_3O_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 101 ～ 104 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をとり，エタノール（95）20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL，エタノール（95）20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.40 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/テトラヒドロフラン/メタノール/アンモニア水（28）混液（24：10：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 2-アミノエタノール 本品 1.0 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液に 1-フルオロ-2,4-ジニトロベンゼンのメタノール溶液（1 → 25）0.1 mL を加えて振り混ぜ，60 ℃ で 20 分間加温するとき，液の色は次

の比較液より濃くない．

比較液：2-アミノエタノール 0.10 g をメタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

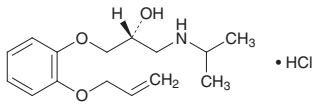
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 46.76 mg $C_{28}H_{41}N_3O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

オクスプレノロール塩酸塩

Oxprenolol Hydrochloride

塩酸オクスプレノロール



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{23}NO_3$・HCl：301.81

(2*RS*)-1-[2-(Allyloxy)phenoxy]-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

[*6452-73-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オクスプレノロール塩酸塩（$C_{15}H_{23}NO_3$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．この液にジエチルエーテル 1 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，ジエチルエーテル層は赤紫色，水層は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 150）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

融 点〈*2.60*〉 107 ～ 110 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.18 mg $C_{15}H_{23}NO_3$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Mumps Vaccine

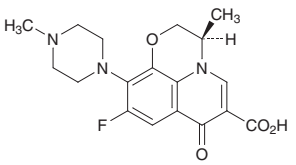
本品は弱毒生ムンプスウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生おたふくかぜワクチンの条に適合する．

性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液剤となる．

オフロキサシン

Ofloxacin



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{20}FN_3O_4$：361.37

(3*RS*)-9-Fluoro-3-methyl-10-(4-methylpiperazin-1-yl)-7-oxo-2,3-dihydro-7*H*-pyrido[1,2,3-*de*]-[1,4]benzooxazine-6-carboxylic acid [*82419-36-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，オフロキサシン（$C_{18}H_{20}FN_3O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は帯微黄白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品の水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品は光によって変色する．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 150000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本操作は光を避けて行う．本品 10 mg を水/アセトニトリル混液（6：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 20 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のオフロキサシン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の 0.4 倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：294 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.0 g 及び酢酸アンモニウム 4.0 g を水 1300 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 2.2 に調整し，アセトニトリル 240 mL を加える．

流量：オフロキサシンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からオフロキサシンの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（6：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たオフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のオフロキサシンのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 0.5 mL をとり，オフロキサシン脱メチル体の水/アセトニトリル混液（6：1）溶液（1 → 20000）1 mL を加え，更に水/アセトニトリル混液（6：1）を加え，100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，オフロキサシン脱メチル体，オフロキサシンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.2 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 36.14 mg $C_{18}H_{20}FN_3O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

オリブ油

Olive Oil

OLEUM OLIVAE

本品は *Olea europaea* Linné（*Oleaceae*）の果実を圧搾して得た脂肪油である．

性　状　本品は淡黄色の油で，敗油性でないわずかなにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

本品は 0 ～ 6 ℃ で一部又は全部が凝固する．

脂肪酸の凝固点：17 ～ 26 ℃

比　重〈1.13〉 d_{25}^{25}：0.908 ～ 0.914

酸　価〈1.13〉 1.0 以下．

けん化価〈1.13〉 186 ～ 194

不けん化物〈1.13〉 1.5 % 以下．

ヨウ素価〈1.13〉 79 ～ 88

純度試験

（1） 乾性油　本品 2 mL に薄めた硝酸（1 → 4）10 mL を加え，これに亜硝酸ナトリウムの粉末 1 g を少量ずつ加えながら，よく振り混ぜた後，冷所で 4 ～ 10 時間放置するとき，白色の固形物に凝固する．

（2） ラッカセイ油　本品 1.0 g を正確に量り，硫酸・ヘキサン・メタノール試液 60 mL に溶かし，還流冷却器を付けて水浴上で 2.5 時間沸騰させた後，冷却し，分液漏斗に移し，水 100 mL を加える．フラスコは石油エーテル 50 mL で洗い，洗液は分液漏斗に加え，振り混ぜた後，静置し，石油エーテル層を分取する．水層は更に石油エーテル 50 mL を加えて抽出し，石油エーテル層は先の石油エーテル液に合わせる．石油エーテル液は毎回水 20 mL を用いて洗液

がメチルオレンジ試液で酸性を示さなくなるまで繰り返し洗浄する．無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜ，ろ過し，無水硫酸ナトリウムは石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液は先の漏斗を用いてろ過し，ろ液を合わせ，窒素を通じながら水浴上で石油エーテルを留去する．残留物をアセトンに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にベヘン酸メチル 67 mg をアセトンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のベヘン酸メチルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，H_T は H_S より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：220 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ベヘン酸メチルの保持時間が約 18 分になるように調整する．

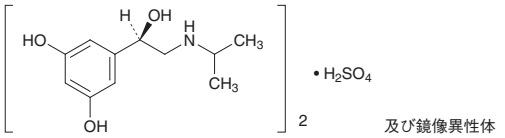
検出感度：標準溶液 2 μL から得たベヘン酸メチルのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

貯　法　容　　器　気密容器．

オルシプレナリン硫酸塩

Orciprenaline Sulfate

硫酸オルシプレナリン



$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：520.59

5-{(1*RS*)-1-Hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]ethyl}benzene-1,3-diol hemisulfate ［*5874-97-5*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，オルシプレナリン硫酸塩〔$(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 220 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1607 cm^{-1}，1153 cm^{-1}，1131 cm^{-1}，及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 T　3 mL に薄めた塩酸（1 → 40）1 mL を加える．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） オルシプレナロン　本品 0.200 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液につき紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 328 nm における吸光度は 0.075 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.5 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.7 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 52.06 mg $(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

オレンジ油

Orange Oil

OLEUM AURANTII

本品は *Citrus* 属諸種植物（*Rutaceae*）の食用に供する種類の果皮を圧搾して得た精油である．

性　状　本品は黄色～黄褐色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに苦い．

本品は等容量のエタノール（95）に濁って混和する．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.472 ～ 1.474

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+85 ～ +99°（100 mm）．

比　重〈1.13〉 d_{20}^{20}：0.842 ～ 0.848

純度試験　重金属〈1.07〉 本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

貯　法

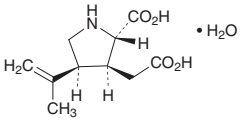
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

カイニン酸水和物

Kainic Acid Hydrate

カイニン酸



$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$：231.25

(2*S*,3*S*,4*S*)-3-(Carboxymethyl)-4-(1-methylethenyl)pyrrolidine-2-carboxylic acid monohydrate ［*487-79-6*，無水物］

本品を乾燥したものは定量するとき，カイニン酸（$C_{10}H_{15}NO_4$：213.23）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水又は温湯にやや溶けにくく，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.8 ～ 3.5 である．

融点：約 252 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，60 ～ 70 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈する．

（2）　本品 0.05 g を酢酸（100）5 mL に溶かし，臭素試液 0.5 mL を加えるとき，試液の色は直ちに消える．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－13 ～ －17°（0.5 g，水，50 mL，200 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を白金るつぼにとり，炭酸ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固した後，徐々に加熱し，ほとんど灰化するまで強熱する．冷後，希硝酸 12 mL を加え，加温して溶かした後，ろ過する．残留物を水 15 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，以下同様に操作する（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　アミノ酸又は他のイミノ酸　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.5 ～ 8.5 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，温湯 50 mL に溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 10 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 21.32 mg $C_{10}H_{15}NO_4$

貯 法 容 器　気密容器．

カイニン酸・サントニン散

Kainic Acid and Santonin Powder

本品は定量するとき，サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$：246.30）9.0 ～ 11.0 % 及びカイニン酸水和物（$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$：231.25）1.80 ～ 2.20 % を含む．

製　法

サントニン	100 g
カイニン酸水和物	20 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験

（1）　本品 1 g にクロロホルム 10 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過する〔残留物は（2）の試験に用いる〕．ろ液をとり，クロロホルムを留去し，残留物を水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する（サントニン）．

（2）（1）の残留物に温湯 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL に水 10 mL 及びニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 1 mL を加え，60 ～ 70 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈する（カイニン酸）．

定 量 法

（1）　サントニン　本品約 0.25 g 及び定量用サントニン約 25 mg を精密に量り，それぞれにエタノール（95）20 mL を加え，5 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物をエタノール（95）10 mL ずつで 3 回洗い，ろ過する．ろ液及び

洗液を合わせ，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．これらの液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用サントニンの秤取量（mg）

（2） カイニン酸　本品約 1.25 g を精密に量り，薄めたピリジン（1 → 10）20 mL を加え，5 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を薄めたピリジン（1 → 10）10 mL ずつで 3 回洗い，ろ過する．ろ液及び洗液を合わせ，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用カイニン酸を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，薄めたピリジン（1 → 10）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたピリジン（1 → 10）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・L-アスコルビン酸試液 2 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，急冷し，2 分間強く振り混ぜる．これに水を加えて正確に 20 mL とし，15 分間放置した後，薄めたピリジン（1 → 10）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 425 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

カイニン酸水和物（$C_{10}H_{15}NO_4 \cdot H_2O$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0845$

W_S：定量用塩酸カイニン酸の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

カオリン

Kaolin

本品は天然に産する含水ケイ酸アルミニウムである．

性　状　本品は白色～類白色の砕きやすい塊又は粉末で，わずかに粘土ようのにおいがある．

本品は水，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない．

本品は水で潤すとき，暗色を帯び，可塑性となる．

確認試験

（1） 本品 1 g を磁製皿にとり，水 10 mL 及び硫酸 5 mL を加え，ほとんど蒸発乾固するまで加熱する．冷後，水 20 mL を加え，2 ～ 3 分間煮沸した後，ろ過するとき，残留物は灰色である．

（2） （1）のろ液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（2）及び（4）を呈する．

純度試験

（1） 液性　本品 1.0 g を水 25 mL に加え，よく振り混ぜてろ過した液の pH〈2.54〉は 4.0 ～ 7.5 である．

（2） 酸可溶物　本品 1.0 g を希塩酸 20 mL に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL を蒸発乾固し，450 ～ 550 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，残留物は 0.010 g 以下である．

（3） 炭酸塩　本品 1.0 g を水 5 mL に加えてかき混ぜた後，薄めた硫酸（1 → 2）10 mL を加えるとき，泡立たない．

（4） 重金属〈1.07〉　本品 1.5 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g 及び希酢酸 6 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（5） 鉄〈1.10〉　本品 40 mg に希塩酸 10 mL を加え，水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L-酒石酸 0.5 g を加え，振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後，以下第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g に水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 異物　本品 5 g をビーカーに入れ，水 100 mL を加えてかき混ぜ，砂を残すように傾斜する．更に毎回水 100 mL を用いてこの操作を数回繰り返すとき，砂状の残留物を残さない．

強熱減量〈2.43〉　15.0 % 以下（1 g，600 ℃，5 時間）．

可 塑 性　本品 5 g に水 7.5 mL を加えてよく振り混ぜるとき，著しい流動性がない．

貯　法　容　　器　密閉容器．

カカオ脂

Cacao Butter

OLEUM CACAO

本品はカカオ *Theobroma cacao* Linné（*Sterculiaceae*）の種子から得た脂肪である．

性　状　本品は黄白色の堅くてもろい塊で，わずかにチョコレートようのにおいがあり，敗油性のにおいはない．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，

沸騰エタノール（99.5）にやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

脂肪酸の凝固点：45 ～ 50 ℃

融点：31 ～ 35 ℃ ただし，試料は融解せずに毛細管に詰める．

比　重〈*1.13*〉 d_{20}^{40}：0.895 ～ 0.904

酸　価〈*1.13*〉 3.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉 188 ～ 195

ヨウ素価〈*1.13*〉 35 ～ 43

貯　法　容　　器　密閉容器．

ガスえそウマ抗毒素

Gas Gangrene Antitoxin, Equine

ガスえそ抗毒素

本品はウマ免疫グロブリン中の *Clostridium perfringens*（*C. welchii*）Type A 抗毒素，*Clostridium septicum*（*Vibrion septique*）抗毒素及び *Clostridium oedematiens*（*C. novyi*）抗毒素を含む液状の注射剤である．

本品は *Clostridium histolyticum* 抗毒素を含むことがある．

本品は生物学的製剤基準のガスえそウマ抗毒素の条に適合する．

性　状　本品は無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液である．

過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液

Sodium Pertechnetate（^{99m}Tc）Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はテクネチウム-99*m* を過テクネチウム酸ナトリウムの形で含む．

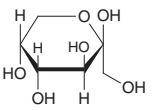
本品は放射性医薬品基準の過テクネチウム酸ナトリウム（^{99m}Tc）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液である．

果糖

Fructose



$C_6H_{12}O_6$：180.16

β-D-Fructopyranose ［*57-48-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，果糖（$C_6H_{12}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉 本品 4.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 25.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 酸　本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5） 亜硫酸塩　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，0.01 mol/L ヨウ素液 0.25 mL を加えるとき，液は黄色である．

（6） 重金属〈*1.07*〉 本品 5.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（7） カルシウム　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 ～ 3 滴及びシュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えて 1 分間放置するとき，液は澄明である．

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，5 分間水浴上で加熱し，更に濃縮して 5 mL とし，冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（9） 5-ヒドロキシメチルフルフラール類　本品 5.0 g を水 100 mL に溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 284 nm における吸光度は 0.32 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 4 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水 80 mL に溶かし，30 分間放置した後，水を加えて正確に 100 mL とし，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

果糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）＝ $|\alpha_D| \times 1087.0$

貯 法 容 器 気密容器.

果糖注射液
Fructose Injection

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する果糖（$C_6H_{12}O_6$：180.16）を含む.

製 法 本品は「果糖」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性 状 本品は無色～微黄色澄明の液で，味は甘い.

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「果糖」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

（2） （1）の試料溶液 10 mL にレソルシノール 0.1 g 及び塩酸 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加温するとき，液は赤色を呈する.

pH 〈*2.54*〉 3.0 ～ 6.5 ただし，表示濃度が 5 % を超えるときは，水を用いて 5 % 溶液を調製し，この液につき試験を行う.

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品の表示量に従い「果糖」5.0 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える.

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品の表示量に従い「果糖」1.5 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 5 mL とし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，以下「果糖」の純度試験（8）を準用する.

強熱残分〈*2.44*〉 本品の表示量に従い「果糖」2 g に対応する容量を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，試験を行うとき，その量は 2 mg 以下である.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

発熱性物質〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する.

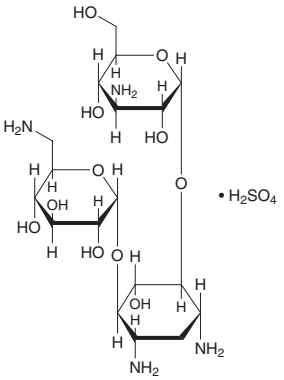
定 量 法 本品の果糖（$C_6H_{12}O_6$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜ，30 分間放置した後，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する.

果糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）＝ $|\alpha_D| \times 1087.0$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

カナマイシン一硫酸塩
Kanamycin Monosulfate

一硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11} \cdot H_2SO_4$：582.58

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine monosulfate ［*25389-94-0*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 750 ～ 832 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン（$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50）としての量を質量（力価）で示す.

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品 50 mg を水 3 mL に溶かし，アントロン試液 6 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する.

（2） 本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品 20 mg ずつをそれぞれ水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）の上澄液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい.

（3） 本品の水溶液（1 → 5）に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる.

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋112 ～ ＋123°（乾燥物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）.

硫酸の量 本品約 0.25 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，アンモニア水（28）で pH を 11.0 に調整する．この液に 0.1 mol/L 塩化バリウム液 10 mL を正確に加え，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フタレインパープル 0.5 mg）．た

だし，液の色が変わり始めたときにエタノール（99.5）50 mL を加え，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．硫酸（SO_4）の量は，乾燥物に換算した本品に対して 15.0 ～ 17.0 % である．

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL ＝ 9.606 mg SO_4

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.30 g を水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品 45 mg を水に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液 カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

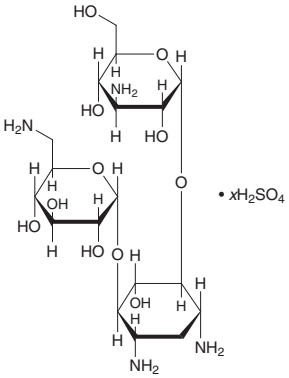
（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 密閉容器．

カナマイシン硫酸塩

Kanamycin Sulfate

硫酸カナマイシン



$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$・xH_2SO_4

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[6-amino-6-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate ［*133-92-6*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 690 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カナマイシン（$C_{18}H_{36}N_4O_{11}$：484.50）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品及びカナマイシン一硫酸塩標準品 20 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋103 ～ ＋115°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.30 g を水に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にカナマイシン一硫酸塩標準品 9.0 mg を水に溶かして正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

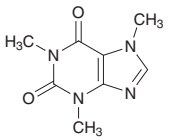
（iii） 標準溶液 カナマイシン一硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

無水カフェイン

Anhydrous Caffeine



$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione

［*58-08-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，無水酢酸又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける．

（2） 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（3） 本品 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する．

融 点〈2.60〉 235 ～ 238 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし，20 ℃ に急冷し，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 （1）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 D より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

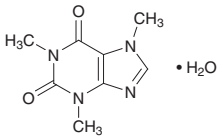
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯 法 容 器 気密容器.

カフェイン水和物

Caffeine Hydrate

カフェイン



$C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$：212.21

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6-(3*H*,7*H*)-dione monohydrate ［*5743-12-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）98.5 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の柔らかい結晶又は粉末で，においはなく，味はやや苦い.

本品はクロロホルムに溶けやすく，水，酢酸（100）又は無水酢酸にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい.

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である.

本品は乾燥空気中で風解する.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける.

（2） 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える.

（3） 本品 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする．この液 5 mL に薄めた酢酸（31）（3 → 100）3 mL 及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて混和した後，薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液（1 → 5）2 mL を加え，1 分間放置する．これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈する.

融 点〈*2.60*〉 235 ～ 238 ℃（乾燥後）.

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし，20 ℃ に急冷し，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.024 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 D より濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 ～ 8.5 %（1 g，80 ℃，4 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.42 mg $C_8H_{10}N_4O_2$

貯 法 容 器 気密容器.

カプセル

Capsules

本品はゼラチンなど日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤を用いて製し，一端を閉じた交互に重ね合わすことができる一対の円筒体である.

製 法 本品は「ゼラチン」など日本薬局方に収載されている適当なカプセル基剤に水を加え，加温して溶かし，必要ならば「グリセリン」又は「D-ソルビトール」，乳化剤，分散剤，保存剤，着色剤などを加え，濃厚なにかわ状の液とし，温時成型して製する.

本品は必要に応じて滑沢剤を塗布することができる.

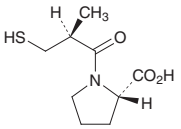
性 状 本品はにおいはなく，弾力性がある.

純度試験 におい，溶状及び液性 本品 1 個（1 対）を重ね合わさずに 100 mL の三角フラスコに入れ，水 50 mL を加え，37±2 ℃ に保ちながらしばしば振り動かす．この試験を 5 回行うとき，いずれも 10 分以内に溶ける．また，この液はいずれもにおいがなく，中性又は弱酸性を呈する.

貯 法 容 器 密閉容器.

カプトプリル

Captopril



$C_9H_{15}NO_3S$：217.29

(2*S*)−1−[(2*S*)−2−Methyl−3−sulfanylpropanonyl]pyrrolidine−2−carboxylic acid ［*62571−86−2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，カプトプリル（$C_9H_{15}NO_3S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{25}_{D}$：−125 ～ −134°（乾燥後，0.1 g，エタノール（99.5）10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 105 ～ 110 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 15 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（13：7）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポット及び主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン　本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/リン酸混液（1000：1000：1）

流量：1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び 1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリン 25 mg ずつをメタノール 200 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，本品，1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，1,1′−[3,3′−ジチオビス(2−メチル−1−オキソプロピル)]−L−ジプロリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，希硫酸 20 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加えて振り混ぜ，1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

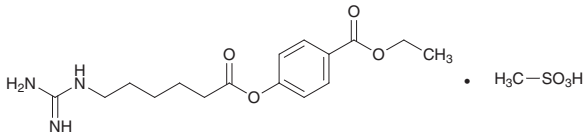
1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 21.73 mg $C_9H_{15}NO_3S$

貯 法 容 器　気密容器．

ガベキサートメシル酸塩

Gabexate Mesilate

メシル酸ガベキサート



$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$：417.48

Ethyl 4−(6−guanidinohexanoyloxy)benzoate monomethanesulfonate ［*56974−61−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ガベキサートメシル酸塩（$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2000）4 mL に 1−ナフトール試液 2 mL 及びジアセチル試液 1 mL を加え，10 分間放置

するとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 1 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱する．冷後，希硝酸 2 mL 及びエタノール（95）5 mL を加えて振り混ぜ，塩化鉄（Ⅲ）試液 5 滴を加えて振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はガベキサートメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，穏やかに加熱して融解し，20 ～ 30 秒間加熱を続ける．冷後，水 0.5 mL を加えた後，希塩酸 3 mL を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融　点〈2.60〉 90 ～ 93 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL に水浴中で加熱して溶かし，更に 20 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液 10 mL をとる．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） パラオキシ安息香酸エチル　本品を乾燥し，その 50 mg をとり，希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にパラオキシ安息香酸エチル 5.0 mg をとり，希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパラオキシ安息香酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

（5） 類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを，薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を酢酸のにおいがなくなるまで風乾する．これに 8-キノリノールのアセトン溶液（1 → 1000）を均等に噴霧し，風乾した後，臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びガベキサートメシル酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを希エタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ガベキサートメシル酸塩（$C_{16}H_{23}N_3O_4 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ガベキサートメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）/1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 200）/酢酸（100）混液（540：200：20：1）

流量：ガベキサートの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ガベキサートの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システム再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

過マンガン酸カリウム

Potassium Permanganate

$KMnO_4$：158.03

本品を乾燥したものは定量するとき，過マンガン酸カリウム（$KMnO_4$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗紫色の結晶で，金属性光沢がある．

本品は水にやや溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 1000）はやや甘味があり，収れん性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 100）は過マンガン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　水不溶物　本品を粉末とし，その 2.0 g を水 200 mL に溶かし，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，不溶物を洗液が無色となるまで水で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 4 mg 以下である．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，過酸化水素（30）を滴加して完全に脱色した後，砂浴上でほとんど蒸発し，残留物を水 5 mL に溶かす．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：水 10 mL に硫酸 1 mL 及び検液の調製と同量の過酸化水素（30）を加え，砂浴上でほとんど蒸発し，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液の試験と同様に操作する（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，18 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，水に溶かし正確に 200 mL とし，試料溶液とする．0.05 mol/L シュウ酸液 25 mL を 500 mL の三角フラスコ中に正確に量り，薄めた硫酸（1 → 20）200 mL を加え，液温を 30 ～ 35 ℃ とし，試料溶液をビュレットに入れ，穏やかに振り混ぜながら，その 23 mL を速やかに加え，液の赤色が消えるまで放置する．次に 55 ～ 60 ℃ に加温し，30 秒間持続する赤色を呈するまで，徐々に滴定〈*2.50*〉する．

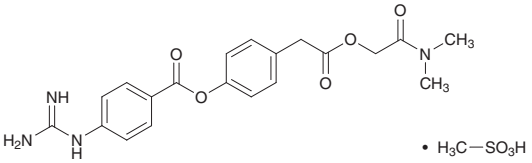
0.05 mol/L シュウ酸液 1 mL ＝ 3.161 mg $KMnO_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

カモスタットメシル酸塩

Camostat Mesilate

メシル酸カモスタット



$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$：494.52

Dimethylcarbamoylmethyl

4-(4-guanidinobenzoyloxy)phenylacetate

monomethanesulfonate　［*59721-29-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カモスタットメシル酸塩（$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）4 mL に 1-ナフトール試液 2 mL 及びジアセチル試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカモスタットメシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，穏やかに加熱して融解し，20 ～ 30 秒間加熱を続ける．冷後，水 0.5 mL を加えた後，希塩酸 3 mL を加え，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

融　点〈*2.60*〉　194 ～ 198 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，水 40 mL に加温して溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL 及び希酢酸 2 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，2 mol/L 塩酸試液 20 mL に水浴中で加熱して溶かし，更に 20 分間加熱する．冷後，遠心分離し，上澄液 10 mL をとる．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 30 mg をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びカモスタットメシル酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カモスタットメシル酸塩（$C_{20}H_{22}N_4O_5 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：カモスタットメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのエタノール（95）溶液（1 → 1500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 → 500）/ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）/酢酸（100）混液（200：100：50：1）

流量：カモスタットの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，カモスタット，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカモスタットのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

β-ガラクトシダーゼ（アスペルギルス）

β-Galactosidase（Aspergillus）

アスペルギルス産生ガラクトシダーゼ

［*9031-11-2*］

本品は *Aspergillus oryzae* の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1 g 当たり 8000 ～ 12000 単位を含む．

本品は通例，「マルトース水和物」と「デキストリン」又は「マルトース水和物」と「D-マンニトール」若しくは「マルトース水和物」と「デキストリン」と「D-マンニトール」の混合物で薄めてある．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 25 mg を水 100 mL に溶かし，この液 1 mL に乳糖基質試液 9 mL を加え，30 ℃ で 10 分間放置する．この液 1 mL にグルコース検出用試液 6 mL を加えて 30 ℃ で 10 分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 100 mL に溶かし，必要があればろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） におい 本品は変敗したにおいがない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 9.0 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 3 % 以下（0.5 g）．

窒素含量 本品約 70 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，換算した乾燥物に対し，0.5 ～ 5.0 % である．

定 量 法

（i） 基質溶液 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 0.172 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

（ii） 操作法 本品約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．基質溶液 3.5 mL を正確に量り，30 ± 0.1 ℃ で 5 分間放置した後，試料溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30 ± 0.1 ℃ で正確に 10 分間放置した後，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 420 nm における吸光度 A_1 を測定する．別に基質溶液 3.5 mL を正確に量り，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ，次に試料溶液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する．

本品 1 g 中の単位

$$= \{(A_1 - A_2) / 0.917\} \times (1 / 0.5) \times (1 / 10) \times (1 / W)$$

0.917：*o*-ニトロフェノール 1 μmol/5 mL の吸光度

W：試料溶液 1 mL 中の本品の量（g）

単位：上記の操作条件で 1 分間に 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 1 μmol を加水分解する酵素量を，1 単位とする．

貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

β-ガラクトシダーゼ（ペニシリウム）

β-Galactosidase（Penicillium）

［*9031-11-2*］

本品は *Penicillium multicolor* の産生する乳糖分解力がある酵素を含むものである．

本品は定量するとき，1 g 当たり 8500 ～ 11500 単位を含む．

本品は通例，D-マンニトールで薄めてある．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は粉末である．

本品は水に混濁して溶け，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を水 100 mL に溶かし，この液 0.2 mL

に乳糖基質試液 0.2 mL を加えて，30 ℃ で 10 分間放置する．これにグルコース検出用試液 3 mL を加えて 30 ℃ で 10 分間放置するとき，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.15 g を水 100 mL に溶かし，必要があればろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1） におい 本品は変敗したにおいがない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 窒素 本品約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，表示された 1000 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 3 mg を超えない．

（5） 混在たん白質 本品 0.15 g を水 4 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 15 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピークのピーク面積を自動積分法により測定するとき，保持時間約 19 分のピーク以外のピークのピーク面積の合計は，全ピーク面積の 75 % 以下であり，保持時間約 19 分のピーク，保持時間約 3 分のピーク及び保持時間約 16 分のピーク以外のピークのピーク面積は，それぞれ全ピーク面積の 15 % 以下である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 7.5 mm，長さ約 75 mm のステンレス管に 10 μm の親水性ポリマーにスルホプロピル基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム 2.83 g を水 1000 mL に溶かし，酢酸（100）を加え，pH を 4.5 に調製した液（移動相 A）及び塩化ナトリウム 29.2 g を移動相 A 1000 mL に溶かした液（移動相 B）．

送液：毎分 0.8 mL で送液するとき，非保持たん白質の保持時間が約 3 分に，酵素たん白質の保持時間が約 19 分になるように，試料注入後直ちに移動相 A から移動相 B への直線濃度勾配となるように送液し，その後は移動相 B を送液する．

カラムの選定：β-ラクトグロブリン 15 mg を水 4.5 mL に溶かし，シトシン溶液（1 → 5000）0.5 mL を加え，カラム選定用溶液とする．カラム選定用溶液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，シトシン，β-ラクトグロブリンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：カラム選定用溶液 15 μL から得た β-ラクトグロブリンのピーク高さが 5 ～ 14 cm になるように調整する．

面積測定範囲：β-ラクトグロブリンの保持時間の約 1.4 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 2 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 基質溶液 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 0.603 g を pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，100 mL とする．

（ii） 操作法 本品約 0.15 g を精密に量り，水を加えてよく振り混ぜて溶かし，正確に 100 mL とし，室温で 1 時間放置する．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL を試験管に正確に量り，30 ± 0.1 ℃ で 10 分間保温した後，あらかじめ 30 ± 0.1 ℃ で保温しておいた基質溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．30 ± 0.1 ℃ で正確に 10 分間反応させた後，炭酸ナトリウム試液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ反応を停止する．この液に水 8 mL を正確に加えて混和し，試料呈色液とする．別に，pH 4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，空試験呈色液とする．試料呈色液及び空試験呈色液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 420 nm における吸光度 A_T 及び A_B を測定する．

本品 1 g 中の単位

$= (1 / W) \times \{(A_T - A_B) / 0.459\} \times 1 / 10$

0.459：*o*-ニトロフェノール 1 μmol/10 mL の吸光度

W：試料溶液 0.5 mL 中の本品の秤取量（g）

単位：上記の操作条件で 1 分間に 2-ニトロフェニル-β-D-ガラクトピラノシド 1 μmol を加水分解する酵素量を 1 単位とする．

貯 法 容 器 気密容器．

カリジノゲナーゼ

Kallidinogenase

［*9001-01-8*］

本品は健康なブタの膵臓から得た酵素で，キニノーゲンを分解し，キニンを遊離する作用がある．

本品は 1 mg 中にカリジノゲナーゼ 25 単位以上を含む．

通例，「乳糖水和物」等で薄めてある．

本品は定量するとき，表示単位の 90 ～ 110 % を含む．

性 状 本品は白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 300）の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1） 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 10 単位を含む溶液を調製する．この溶液 5 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター

試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液 1 mL を，他方には pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL をそれぞれ正確に加え，室温で 20 分間放置し，それぞれ試料溶液 1 及び 2 とする．別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，別々の試験管に入れ，一方にはアプロチニン試液 1 mL を，他方には pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL をそれぞれ正確に加え，同様に室温で 20 分間放置し，それぞれ試料溶液 3 及び 4 とする．次にあらかじめ 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 1 を正確に 0.5 mL 加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 $A_{1\text{-}2}$ 及び $A_{1\text{-}6}$ を測定する．試料溶液 2，3 及び 4 について同様に試験を行い，それぞれ吸光度 $A_{2\text{-}2}$，$A_{2\text{-}6}$，$A_{3\text{-}2}$，$A_{3\text{-}6}$，$A_{4\text{-}2}$ 及び $A_{4\text{-}6}$ を測定する．次式により I の値を求めるとき，I の値は 0.2 より小さい．

$$I = \frac{(A_{1\text{-}6} - A_{1\text{-}2}) - (A_{3\text{-}6} - A_{3\text{-}2})}{(A_{2\text{-}6} - A_{2\text{-}2}) - (A_{4\text{-}6} - A_{4\text{-}2})}$$

（2） あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（2）2.9 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに定量法で得た試料溶液 0.1 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30.0±0.5 ℃ で紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，4 ～ 6 分間，波長 253 nm における吸光度の変化を測定する．ただし，別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 0.1 mL を正確に量り，あらかじめ 30.0±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（2）2.9 mL を正確に量ったものに加えた液を対照とする．その吸光度の変化率が一定であるとき，1 分間当たりの吸光度の変化量 A を算出する．次式により R の値を求めるとき，R の値は 0.12 ～ 0.16 である．

$$R = (A / 0.0383) \times \{1 / (a - b)\}$$

a：試料溶液 1 mL 中の本品の量（mg）
b：定量法で得た本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

比 活 性 本品につき，窒素定量法〈*1.08*〉により窒素含量を測定し，窒素（N：14.01）1 mg をたん白質 6.25 mg に換算し，定量法で得た単位数から比活性を求めるとき，たん白質 1 mg 当たりカリジノゲナーゼ 100 単位以上である．

純度試験

（1） 脂肪 本品 1.0 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，時々振り混ぜ 30 分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1 mg 以下である．

（2） キニナーゼ

（i） ブラジキニン溶液 ブラジキニンの適量をとり，pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にブラジキニン 0.200 μg を含む溶液を調製する．

（ii） カリジノゲナーゼ溶液 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 1 単位を含む溶液を調製する．

（iii） 試料溶液 ブラジキニン溶液 0.5 mL を正確に量り，30±0.5 ℃ で 5 分間加温し，あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30.0±0.5 ℃ で正確に 150 秒間放置した後，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.2 mL を正確に加えて振り混ぜる．3 分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で 15 分間放置する．上澄液 0.5 mL を正確に量り，pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．この液 0.1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.9 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に 0.2 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 0.6 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

（iv） 対照溶液 pH 7.4 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 0.5 mL につき（iii）と同様に操作して対照溶液とする．

（v） 操作法 96 ウェルマイクロプレートの抗ウサギ抗体結合ウェルに抗ブラジキニン抗体試液 0.1 mL を加え，振り混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 1 時間放置する．抗ブラジキニン抗体試液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 0.3 mL を加えて除く．これを 3 回繰り返し，液をよく除いた後，試料溶液及び対照溶液 100 μL と pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 50 μL を加え，振り混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 1 時間放置する．次にペルオキシダーゼ標識ブラジキニン試液 50 μL を加え，振り混ぜた後，冷所で一晩放置する．反応液を除き，マイクロプレート洗浄用リン酸塩緩衝液 0.3 mL を加えて除く．これを 4 回繰り返し，液をよく除いた後，ペルオキシダーゼ測定用基質液 100 μL を加え，25 ℃ 付近の一定温度で遮光して正確に 30 分間放置した後，薄めた硫酸（23 → 500）100 μL を加え，振り混ぜた後，波長 490 ～ 492 nm における吸光度を測定する．別に，ブラジキニンの適量をとり，pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中に正確 に 100 ng，25 ng，6.25 ng，1.56 ng，0.39 ng，0.098 ng を含むように調製し，それぞれ標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4），標準溶液（5），標準溶液（6）とする．また，pH 7.0 のゼラチン・リン酸塩緩衝液 1 mL を標準溶液（7）とする．ウェルにそれぞれの標準溶液 50 μL とトリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 100 μL を加え，以下試料溶液及び対照溶液と同様に操作する．

標準溶液のブラジキニン量と吸光度から検量線を作成し，試料溶液及び対照溶液のブラジキニン量 B_T（pg）及び B_S（pg）を求める．

なお，この試験の吸光度測定には，通例，マイクロプレート用の分光光度計を用いる．ウェルが吸光度測定のセルとなるので，汚れ，傷に注意する．また，層長はウェルの液量に

よって変動するため，正確な一定量の液をウェルに加える．

（vi） 判定　次式により R の値を求めるとき R の値は 0.8 以上である．

$R = B_T / B_S$

（3） トリプシン様物質　定量法で得た試料原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_2 及び A_6 を測定する．別に試料原液 4 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，比較液とする．比較液につき，試料溶液と同様に試験を行い，吸光度 A'_2 及び A'_6 を測定する．次式により T の値を求めるとき，T の値は 0.05 以下である．

$T = \{(A'_6 - A'_2) - (A_6 - A_2)\} / (A'_6 - A'_2)$

（4） プロテアーゼ　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 1 単位を含む溶液を調製し，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，試験管に入れ，35±0.5 ℃ に 5 分間保つ．次にあらかじめ 35±0.5 ℃ に加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（3）5 mL を正確に量り，試験管中の試料溶液に速やかに加え，35±0.5 ℃ で正確に 20 分間反応させた後，トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜ，室温で 1 時間放置し，メンブランフィルター（孔径 5 μm）を用いてろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液につき，2 時間以内に水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A を測定する．別に試料溶液 1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，カリジノゲナーゼ測定用基質試液（3）5 mL を正確に加え，以下同様に操作して吸光度 A_0 を測定する．ここで得られた値から $A - A_0$ を計算するとき，その値は 0.2 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 3 % 以下（0.5 g，650 ～ 750 ℃）．

キニン遊離活性試験

（i） カリジノゲナーゼ溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 0.1 単位を含む溶液を調製する．なお，本溶液の調製はガラス製器具を用いて行う．

（ii） 試料溶液キニノーゲン試液 0.5 mL を正確に量り，30±0.5 ℃ で 5 分間加温し，あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ溶液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液を 30±0.5 ℃ で正確に 2 分間放置した後，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.2 mL を正確に加えて振り混ぜる．3 分間煮沸し，直ちに氷冷した後，遠心分離し，室温で 15 分間放置する．上澄液 0.5 mL を正確に量り，pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる．この液 0.1 mL を正確に量り，トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 1.9 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．

（iii） 操作法　試料溶液につき，純度試験（2）を準用して，1 ウェル当たりのキニン量 B（pg）を測定する．次式により本品 1 単位のキニン遊離活性を求めるとき，500 ng ブラジキニン等量/分/単位以上である．

本品 1 単位のキン遊離活性
（ng ブラジキニン等量/分/単位） = B × 4.8

定 量 法　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ約 10 単位を含む溶液を調製し，これを試料原液とする．試料原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．あらかじめ 30±0.5 ℃ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液（1）2.5 mL を正確に量り，層長 1 cm のセルに入れ，これに 30±0.5 ℃ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ，30±0.5 ℃ で水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{T6} を測定する．別にカリジノゲナーゼ標準品を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に正確に 10 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液 4 mL を正確に量り，これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え，更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．標準溶液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{S2} 及び A_{S6} を測定する．別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り，これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする．この液 0.5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に試験を行い，正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{O2} 及び A_{O6} を測定する．

本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

$$= \frac{(A_{T6} - A_{T2}) - (A_{O6} - A_{O2})}{(A_{S6} - A_{S2}) - (A_{O6} - A_{O2})} \times \frac{W_S}{a} \times \frac{1}{b}$$

W_S：カリジノゲナーゼ標準品の秤取量（単位）
a：標準原液の容量（mL）
b：試料原液 1 mL 中の本品の量（mg）

貯 法 容 器　気密容器．

カリ石ケン

Potash Soap

本品は定量するとき，脂肪酸として 40.0 % 以上を含む．

製　法

植物油	470 mL
水酸化カリウム	適　量
常水又は精製水	適　量
全　　量	1000　g

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，適量の「常水」又は「精製水」を加えて全量を 1000 g として製する．

性　状　本品は黄褐色透明粘滑の軟塊で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすい．

純度試験　ケイ酸又はアルカリ　本品 10 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき，液は混濁しない．この液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

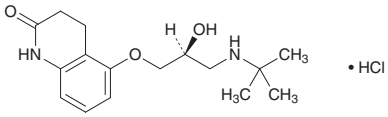
定 量 法　本品約 5 g を精密に量り，熱湯 100 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，希硫酸を加えて酸性とし，冷後，ジエチルエーテル 50 mL，40 mL 及び 30 mL を用いて順次抽出する．抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで水 10 mL ずつで洗った後，ジエチルエーテル液を質量既知のフラスコに入れ，水浴上でなるべく低温でジエチルエーテルを蒸発して除き，残留物を 80 ℃ で恒量になるまで乾燥し，質量を量り，脂肪酸の量とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

カルテオロール塩酸塩

Carteolol Hydrochloride

塩酸カルテオロール



$C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl：328.83

5-[(2*RS*)-3-(1,1-Dimethylethyl)amino-2-hydroxypropyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride　[*51781-21-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルテオロール塩酸塩（$C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 277 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：20：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．冷後，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.88 mg $C_{16}H_{24}N_2O_3$・HCl

貯　法　容　　器　密閉容器．

カルナウバロウ

Carnauba Wax

CERA CARNAUBA

本品はカルナウバヤシ *Copernicia cerifera* Mart（*Palmae*）の葉から得たろうである．

性　状　本品は淡黄色～淡褐色の堅くてもろい塊又は白色～淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はほとんどない．

本品は水，エタノール（95），ジエチルエーテル又はキシレンにほとんど溶けない．

比重　d^{20}_{20}：0.990 ～ 1.002

融点：80 ～ 86 ℃

酸　価〈*1.13*〉　10.0 以下．ただし，溶媒としてキシレン/エタノール（95）混液（2：1）を用いる．

けん化価〈*1.13*〉　78 ～ 95　本品約 3 g を精密に量り，300 mL のフラスコに入れ，キシレン 25 mL を加え，加温して溶かし，エタノール（95）50 mL 及び正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を加え，以下けん化価の試験を行う．ただし，加熱は 2 時間とし，また，滴定は温時行う．

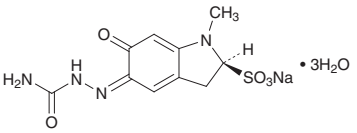
ヨウ素価〈*1.13*〉　5 ～ 14（試料は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす）

貯　法　容　　器　密閉容器．

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム水和物

Carbazochrome Sodium Sulfonate Hydrate

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$：376.32

Monosodium (2*RS*)-1-methyl-6-oxo-5-semicarbazono-2,3,5,6-tetrahydroindole-2-sulfonate trihydrate

［*52422-26-5*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム（$C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$：322.27）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 210 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.8 g を水 50 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かし，放冷するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 590 nm における吸光度は 0.070 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルバゾクロムスルホン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 1.2 g を水 1000 mL に溶かし，必要ならば孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．この液 925 mL にエタノール（95）75 mL を加えて振り混ぜた後，リン酸を加えて pH を 3 に調整する．

流量：カルバゾクロムスルホン酸の保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルバゾクロムスルホン酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積が，標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びカルバゾクロム 10 mg ずつを水 100 mL に加温して溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，カルバゾクロムスルホン酸，カルバゾクロムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カルバゾクロムスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　13.0 ～ 16.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）20 mL を用いて調製した直径 10 mm のカラム

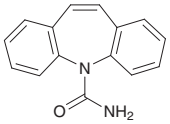
に入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる．次に，水 150 mL でカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 16.11 mg $C_{10}H_{11}N_4NaO_5S$

貯　法　容　　器　密閉容器．

カルバマゼピン

Carbamazepine



$C_{15}H_{12}N_2O$：236.27
5*H*-Dibenzo[*b*,*f*]azepine-5-carboxamide　[*298-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルバマゼピン（$C_{15}H_{12}N_2O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に硝酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（3）　本品に紫外線を照射するとき，強い青色の蛍光を発する．

（4）　定量法で得た液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　189 ～ 193 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品 2.0 g に水 40 mL を正確に加え，15 分間よく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）でろ過する．ろ液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3）　アルカリ　（2）のろ液 10 mL を正確に量り，メチルレッド試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（4）　塩化物〈1.03〉　本品 0.25 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.028 % 以下）．

（5）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.25 g をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にイミノジベンジル 5.0 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

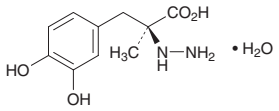
定 量 法　本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する．

カルバマゼピン（$C_{15}H_{12}N_2O$）の量（mg）
　= (*A* / 490) × 50000

貯　法　容　　器　気密容器．

カルビドパ水和物

Carbidopa Hydrate
カルビドパ



$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$：244.24
(2*S*)-2-(3,4-Dihydroxybenzyl)-2-hydrazinopropanoic acid monohydrate　[*38821-49-7*]

本品は定量するとき，カルビドパ水和物（$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を塩酸のメタノール溶液（9 → 1000）250 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 240 ～ 300 nm の吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルビドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較

するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルビドパ標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−21.0 ～ −23.5°（1 g，塩化アルミニウム（Ⅲ）試液，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg に移動相 70 mL を加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のカルビドパ以外のピークの合計面積は，標準溶液のカルビドパのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：カルビドパの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たカルビドパのピーク面積が，標準溶液のカルビドパのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

乾燥減量〈2.41〉 6.9 ～ 7.9 %（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びカルビドパ標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれに移動相 70 mL を加え，必要ならば加温して超音波を用いて溶かす．冷後，移動相を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のカルビドパのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

カルビドパ水和物（$C_{10}H_{14}N_2O_4 \cdot H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0796$

W_S：乾燥物に換算したカルビドパ標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 950 mL にエタノール（95）50 mL を加え，リン酸を加えて pH を 2.7 に調整する．

流量：カルビドパの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びメチルドパ 50 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルドパ，カルビドパの順に溶出し，その分離度は 0.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カルビドパのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

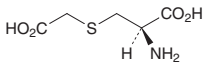
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

L−カルボシステイン

L−Carbocisteine



$C_5H_9NO_4S$：179.19

(2*R*)−2−Amino−3−carboxymethylsulfanylpropanoic acid

[*638−23−3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L−カルボシステイン（$C_5H_9NO_4S$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 186 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水 3 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，直火で 1 分間加熱するとき，暗褐色～黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33.5 ～ −36.5° 本品を乾燥し，その約 5 g を精密に量り，水 20 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（13 → 100）を加えて溶かし，1 mol/L 塩酸試液及び 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，pH を 6.0 に調整した後，更に水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g に水 10 mL 及び硝酸

20 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に硝酸 20 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（3） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.30 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に原線に沿って長さ 15 mm にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に加えて溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.92 mg $C_5H_9NO_4S$

貯 法 容 器 気密容器．

カルメロース

Carmellose

カルボキシメチルセルロース

CMC

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルである．

性 状 本品は白色の粉末で，においはなく，味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し懸濁液となる．

本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品 1.0 g に水 100 mL を加え，振り混ぜて得た懸濁液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，よく振り混ぜ，次に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置し，これを試料溶液とする，試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴に濃クロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 5 mL にアセトン 10 mL を加えて振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

（3） （1）の試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，褐色綿状の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.8 g に水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とし，この液 20 mL に希硝酸 10 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.360 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.40 g に水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，水 20 mL を加える．この液に塩酸 2.5 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，洗液は上澄液に合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.5 mL を加える（0.720 % 以下）．

（3） ケイ酸塩 本品約 1 g を精密に量り，白金皿に入れ，強熱灰化した後，希塩酸 20 mL を加え，時計皿でふたをして，30 分間穏やかに煮沸する．時計皿をとり，空気を送りながら水浴上で加熱し，蒸発乾固する．更に 1 時間加熱を続けた後，熱湯 10 mL を加え，よくかき混ぜ，定量分析用ろ紙を用いてろ過する．残留物を熱湯で洗い，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙とともに乾燥し，更に恒量となるまで強熱するとき，その量は 0.5 % 以下である．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.5 % 以下（乾燥後，1 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

カルメロースカルシウム

Carmellose Calcium
カルボキシメチルセルロースカルシウム
CMC カルシウム

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのカルシウム塩である．

◆**性　状**　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき膨潤し懸濁液となる．

本品 1.0 g に水 100 mL を加え，振り混ぜて得た懸濁液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，よく振り混ぜ，次に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置し，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴にクロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 5 mL にアセトン 10 mL を加えて振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

（3） （1）の試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，褐色綿状の沈殿を生じる．

（4） 本品 1 g を強熱して灰化し，残留物に水 10 mL 及び酢酸（31）6 mL を加えて溶かし，必要ならばろ過し，煮沸した後，冷却し，アンモニア試液で中和するとき，液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） アルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えてよく振り混ぜ，フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.80 g に水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に 2 mol/L 硝酸試液 10 mL を加え，水浴上で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，硝酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.36 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 （2）の試料溶液 10 mL に塩酸 1 mL を加え，水浴中で綿状の沈殿が生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.42 mL を加える．検液及び比較液に 3 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び塩化バリウム試液 3 mL ずつを加え，更に水を加えて 50 mL とし，混和する．10 分間放置した後，混濁を比較する．検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない（1.0 % 以下）．

◆（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．◆

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 10 ～ 20 %（乾燥後，1 g）．

◆**貯　法　容　器**　気密容器．◆

カルメロースナトリウム

Carmellose Sodium
カルボキシメチルセルロースナトリウム
CMC ナトリウム

本品はセルロースの多価カルボキシメチルエーテルのナトリウム塩である．

本品は本品を乾燥したものは定量するとき，ナトリウム（Na：22.99）6.5 ～ 8.5 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，味はない．

本品はメタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水又は温湯を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g を温湯 20 mL にかき混ぜながら加えて溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水を加えて 5 mL とし，その 1 滴に濃クロモトロープ酸試液 0.5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2） （1）の試料溶液 10 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えるとき，青色綿状の沈殿を生じる．

（3） 本品 3 g にメタノール 20 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物に水 20 mL を加えた液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を少量ずつ温湯 100 mL にかき混ぜながら溶かし，冷却した液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状　高さ 250 mm，内径 25 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ 300 mm，内径 15 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液を入れ，これを幅 1 mm，間隔 1 mm の 15 本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を 3 回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて，同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 5.50 mL に希塩酸 1 mL，エタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，これに

塩化バリウム試液 2 mL を混和し，10 分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL に希硝酸 10 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 200 mL とする．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える（0.640 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 10 mL に塩酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ，水浴中で綿状の沈殿を生じるまで加熱し，冷却した後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，洗液を先の上澄液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とし，この液 10 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.960 % 以下）．

（4） ケイ酸塩 本品約 1 g を精密に量り，白金皿に入れ，強熱灰化した後，希塩酸 20 mL を加え，時計皿でふたをして，30 分間穏やかに煮沸する．時計皿をとり，空気を送りながら水浴上で加熱し，蒸発乾固する．更に 1 時間加熱を続けた後，熱湯 10 mL を加え，よくかき混ぜ，定量分析用ろ紙を用いてろ過する．残留物を熱湯で洗い，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき，ろ紙とともに乾燥し，更に恒量になるまで強熱するとき，その量は 0.5 % 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に硝酸 20 mL を加え，流動状となるまで弱く加熱する．冷後，硫酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 5 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（7） でんぷん （2）の試料溶液 10 mL をとり，ヨウ素試液 2 滴を滴加するとき青色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

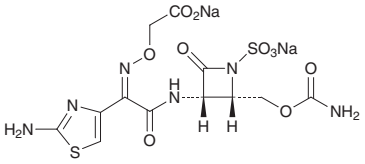
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，還流冷却器を付けて 130 ℃ の油浴中で 2 時間加熱する．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 2.299 mg Na

貯 法 容 器 気密容器．

カルモナムナトリウム

Carumonam Sodium



$C_{12}H_{12}N_6Na_2O_{10}S_2$：510.37

Disodium (*Z*)-{(2-aminothiazol-4-yl)[(2*S*,3*S*)-2-carbamoyloxymethyl-4-oxo-1-sulfonatoazetidin-3-ylcarbamoyl]methyleneaminooxy}acetate ［*86832-68-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 850 ～ 920 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，カルモナム（$C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$：466.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールに極めて溶けにくく，エタノール（99.5）又は酢酸（100）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はカルモナムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 5.5 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋18.5 ～ ＋21.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 1 本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に

溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，カルモナムのピークに対する相対保持時間 0.7 の類縁物質の量は 4.0 % 以下であり，カルモナムのピークに対する相対保持時間 0.7 の類縁物質以外の個々の類縁物質の量はそれぞれ 1.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナム以外の個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：本品 40 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）5 mL 及び移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 類縁物質 2　本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にカルモナムナトリウム標準品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，個々の類縁物質の量はそれぞれ 1.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のカルモナムのピーク面積
A_T：試料溶液のカルモナムの後に溶出する個々のピーク面積

試験条件
検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．
移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 10000）/メタノール/酢酸（100）混液（74：25：1）
流量：フタル酸 0.01 g を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 10 μL を注入するとき，フタル酸の保持時間が約 6.5 分になるように調整する．
面積測定範囲：カルモナムの保持時間の約 10 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たカルモナムのピーク面積が，標準溶液のカルモナムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．
システムの性能：本品 40 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）5 mL 及び移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，レソルシノール，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，カルモナムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（6） 総類縁物質　類縁物質 1 及び類縁物質 2 で求めた類縁物質の量の合計は 6.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

定 量 法　本品及びカルモナムナトリウム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カルモナム（$C_{12}H_{14}N_6O_{10}S_2$）の量［μg(力価)］
＝ W_S ×（Q_T / Q_S）× 1000

W_S：カルモナムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　レソルシノールの移動相溶液（9 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 10000）/メタノール/酢酸（100）混液（97：2：1）

流量：カルモナムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，カルモナムの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカルモナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

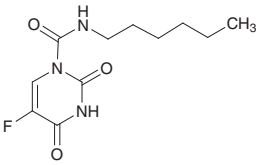
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

カルモフール

Carmofur



$C_{11}H_{16}FN_3O_3$：257.26

5-Fluoro-1-(hexylaminocarbonyl)uracil

[*61422-45-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルモフール（$C_{11}H_{16}FN_3O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 111 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 5 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール/pH 2.0 のリン酸・酢酸・ホウ酸緩衝液混液（9：1）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール/酢酸（100）混液（99：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/酢酸（100）混液（99：1）を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/アセトン混液（5：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．次に薄層板を臭素蒸気に 30 秒間さらした後，フルオレセインのエタノール（95）溶液（1 → 2500）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，50 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液 1 mL ＝ 25.73 mg $C_{11}H_{16}FN_3O_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

含糖ペプシン

Saccharated Pepsin

本品はブタ又はウシの胃粘膜から得たペプシンに「乳糖水和物」を混和したもので，たん白消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1 g 当たり 3800 ～ 6000 単位を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品は水にわずかに混濁して溶け，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けない．

本品はやや吸湿性である．

純度試験

（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおいがない．

（2）　酸　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i）　基質溶液　消化力試験法〈*4.03*〉のたん白消化力試験

法の基質溶液 1 を用いる．ただし，pH は 2.0 に調整する．

（ii） 試料溶液　本品約 1250 単位に対応する量を精密に量り，氷冷した 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．

（iii） 標準溶液　含糖ペプシン標準品適量を正確に量り，1 mL 中に約 25 単位を含むように氷冷した 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かす．

（iv） 操作法　消化力試験法〈*4.03*〉のたん白消化力試験法により操作し，試料溶液につき吸光度 A_T 及び A_{TB} を測定する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液 A を用いる．別に，標準溶液につき，試料溶液と同様に操作し，吸光度 A_S 及び A_{SB} を測定する．本品 1 g 中の単位数は次式により算出する．

本品 1 g 中の単位数

$$= U_S \times \{(A_T - A_{TB}) / (A_S - A_{SB})\} \times (1 / W)$$

U_S：標準溶液 1 mL 中の単位数

W：試料溶液 1 mL 中の本品の秤取量（g）

貯　法

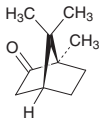
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

d−カンフル

d−Camphor

樟脳



$C_{10}H_{16}O$：152.23

(1*R*,4*R*)−1,7,7−Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan−2−ol

[*464−49−3*]

本品は定量するとき，*d*−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし，2,4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後，水浴上で 5 分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+41.0 ～ +43.0°（5 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 177 ～ 182 ℃

純度試験

（1） 水分　本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．

（2） 塩素化合物　本品を粉末とし，その 0.20 g を乾燥した磁性るつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.4 g を加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯 20 mL に溶かし，希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する．

（3） 不揮発性残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し，更に 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品及び *d*−カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）に溶かして 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *d*−カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

d−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：*d*−カンフル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール（99.5）溶液（1 → 25）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：*d*−カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*−カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 7 以上である．

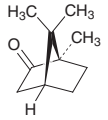
システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *d*−カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

dl−カンフル

dl−Camphor

合成樟脳



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{16}O$：152.23

(1*RS*, 4*RS*)−1, 7, 7−Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan−2−ol

[*76−22−2*]

本品は定量するとき，*dl*−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色半透明の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異な芳香があり，味はわずかに苦く，清涼味がある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は室温で徐々に揮散する．

確認試験　本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし，2, 4−ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後，水浴上で 5 分間加熱するとき，だいだい赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：−1.5 ～ +1.5°（5 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 175 ～ 180 ℃

純度試験

（1） 水分　本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は濁らない．

（2） 塩素化合物　本品を粉末とし，その 0.20 g を乾燥した磁性るつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.4 g を加え，バーナーで徐々に加熱して完全に分解する．残留物を温湯 20 mL に溶かし，希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後，ネスラー管中にろ過し，ろ紙を熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせる．冷後，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する．

（3） 不揮発性残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し，更に 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　本品及び *dl*−カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）に溶かして 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *dl*−カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

dl−カンフル（$C_{10}H_{16}O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：*dl*−カンフル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチル酸メチルのエタノール（99.5）溶液（1 → 25）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：*dl*−カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*dl*−カンフル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *dl*−カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

肝油

Cod Liver Oil

本品はマダラ *Gadus macrocephalus* Tilesius 又はスケトウダラ *Theragra chalcogramma* Pallas（*Gadidae*）の新鮮な肝臓及び幽門垂から得た脂肪油である．

本品は定量するとき，1 g につきビタミン A 2000 ～ 5000 単位を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい色の油液で，わずかに魚臭を帯びた特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はクロロホルムと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品 0.1 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，この液 1 mL に塩化アンチモン（Ⅲ）試液 3 mL を加えるとき，液は直ちに青色となるが，この色は速やかに退色する．

比　重〈*1.13*〉 d^{20}_{20}：0.918 ～ 0.928

酸　価〈*1.13*〉 1.7 以下．

けん化価〈*1.13*〉 180 ～ 192

不けん化物〈*1.13*〉 3.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 130 ～ 170

純度試験　変敗　本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，ビタミン A 定量法〈*2.55*〉の第 2 法により試験を行う．

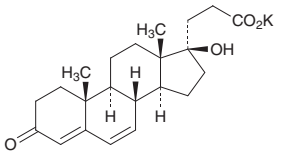
貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　気密容器．

カンレノ酸カリウム

Potassium Canrenoate



$C_{22}H_{29}KO_4$：396.56

Monopotassium 17-hydroxy-3-oxo-17α-pregna-4,6-diene-21-carboxylate ［*2181-04-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，カンレノ酸カリウム（$C_{22}H_{29}KO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は微黄白色～微黄褐色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg を硫酸 2 滴に溶かすとき，液はだいだい色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．これに無水酢酸 1 滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－71 ～ －76°（乾燥後，0.2g，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 8.4 ～ 9.4 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　カンレノン　本品 0.40 g をとり，共栓遠心沈殿管に入れ，氷水中で 5 ℃ 以下に冷却し，これに 5 ℃ 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 6 mL を加えて溶かし，次いで 5 ℃ 以下に冷却した水 8 mL を加える．これにクロロホルム 10 mL を正確に加え，5 ℃ 以下で 3 分間放置した後，直ちに 2 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層 5 mL を分取し，5 ℃ 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 3 mL 及び 5 ℃ 以下に冷却した水 4 mL を入れた共栓遠心沈殿管に入れ，1 分間振り混ぜた後，遠心分離する．水層を除き，クロロホルム層 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 283 nm における吸光度を測定するとき，0.67 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）75 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法．ただし，内部液は飽和塩化カリウム・酢酸（100）溶液に代える）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

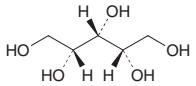
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.66 mg $C_{22}H_{29}KO_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

キシリトール

Xylitol

キシリット



$C_5H_{12}O_5$：152.15

meso-Xylitol ［*87-99-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キシリトール（$C_5H_{12}O_5$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2）1 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

融　点〈*2.60*〉　93.0 ～ 95.0 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 5 g を 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 %

以下).

(4) 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (5 ppm 以下).

(5) ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない.

(6) ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (1.3 ppm 以下).

(7) 糖類 本品 5.0 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 4.0 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴中で 3 時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する (指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴)．更に水を加えて 50 mL とし，その 10 mL をフラスコに量り，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加えて穏やかに 3 分間煮沸した後，放置し，酸化銅 (Ⅰ) を沈殿させる．次に上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄 (Ⅲ) 試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃ に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は，1.0 mL 以下である.

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g，減圧，酸化リン (V)，24 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：デンプン試液 3 mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.902 mg $C_5H_{12}O_5$

貯 法 容 器 気密容器.

キシリトール注射液

Xylitol Injection

キシリット注射液

本品は水性の注射剤である.

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するキシリトール ($C_5H_{12}O_5$：152.15) を含む.

製 法 本品は「キシリトール」をとり，注射剤の製法により製する.

本品には保存剤を加えない.

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い.

確認試験 本品の表示量に従い「キシリトール」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にキシリトール 0.1 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール (95)/アンモニア水 (28)/水混液 (25：4：3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸銀・アンモニア試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黒褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい.

pH〈2.54〉 4.5 ～ 7.5

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満.

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のキシリトール ($C_5H_{12}O_5$) 約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，次にこの液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「キシリトール」の定量法を準用する.

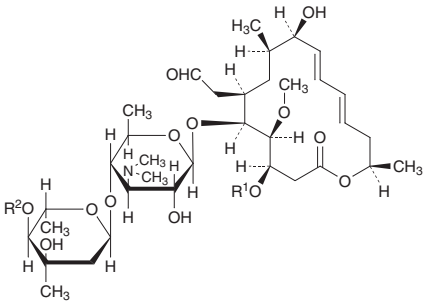
0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.902 mg $C_5H_{12}O_5$

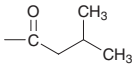
貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる.

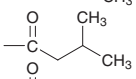
キタサマイシン

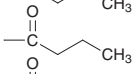
Kitasamycin

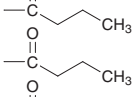
ロイコマイシン

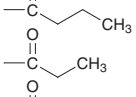


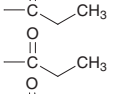
ロイコマイシン A1： R1 = -H R2 = 

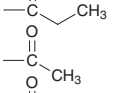
ロイコマイシン A3： R1 = R2 = 

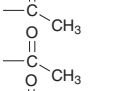
ロイコマイシン A4： R1 = R2 = 

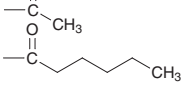
ロイコマイシン A5： R1 = -H R2 = 

ロイコマイシン A6： R1 = R2 = 

ロイコマイシン A7： R1 = -H R2 = 

ロイコマイシン A8： R1 = R2 = 

ロイコマイシン A9： R1 = -H R2 = 

ロイコマイシン A13： R1 = -H R2 = 

（ロイコマイシン A_1, A_5, A_7, A_9, A_{13}）

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3, 9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide

ロイコマイシン A_1：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_5：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_7：acyl = propanoyl

ロイコマインシ A_9：acyl = acetyl

ロイコマイシン A_{13}：acyl = hexanoyl

（ロイコマイシン A_3, A_4, A_6, A_8）

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide

ロイコマイシン A_3：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_4：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A_6：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A_8：acyl = acetyl

[*1392-21-8*，キタサマイシン]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1450 ～ 1700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシン質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

成分含量比　本品 0.02 g を薄めたアセトニトリル（1 → 2）に溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシン A_5，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 の量を求めるとき，それぞれ 40 ～ 70 %，5 ～ 25 % 及び 3 ～ 12 % である．ただし，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 のロイコマイシン A_5 に対する相対保持時間は 1.2 及び 1.5 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（77 → 500）に薄めたリン酸（1 → 150）を加えて pH を 5.5 に調整した液 370 mL にメタノール 580 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：ロイコマイシン A_5 の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシン A_5 の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシン A_5 標準品約 20 mg 及びジョサマイシン標準品約 20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシン A_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロイコマイシン A_5 のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 3.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii）標準溶液　ロイコマイシン A_5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標

準原液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

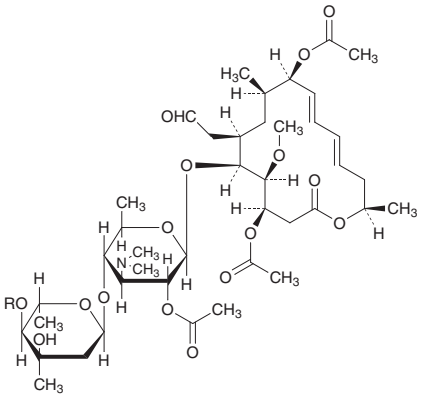
キタサマイシン酢酸エステル

Acetylkitasamycin

アセチルキタサマイシン

アセチルロイコマイシン

ロイコマイシン酢酸エステル



ロイコマイシン A1 酢酸エステル：　R =

ロイコマイシン A3 酢酸エステル：　R =

ロイコマイシン A4 酢酸エステル：　R =

ロイコマイシン A5 酢酸エステル：　R =

ロイコマイシン A6 酢酸エステル：　R =

ロイコマイシン A7 酢酸エステル：　R =

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3,9-Diacetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2-*O*-acetyl-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A1 酢酸エステル：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A3 酢酸エステル：acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A4 酢酸エステル：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A5 酢酸エステル：acyl = butanoyl

ロイコマイシン A6 酢酸エステル：acyl = propanoyl

ロイコマイシン A7 酢酸エステル：acyl = propanoyl

［*178234-32-7*，キタサマイシン酢酸エステル］

本品は，キタサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 680 ～ 790 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシン A5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシンの質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ロイコマイシン A5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とし，よく振り混ぜた後，37 ± 2 ℃ で 24 時間放置する．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

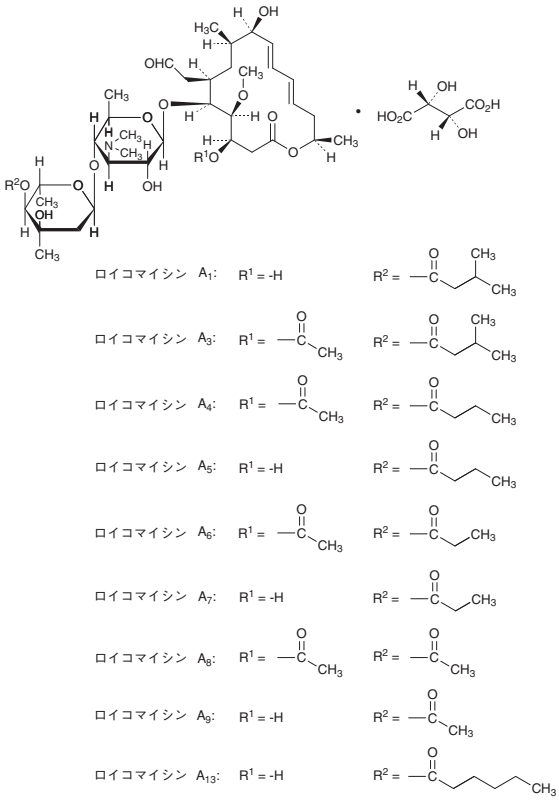
キタサマイシン酒石酸塩

Kitasamycin Tartrate

酒石酸キタサマイシン

酒石酸ロイコマイシン

ロイコマイシン酒石酸塩



（ロイコマイシン A_1, A_5, A_7, A_9, A_{13} 酒石酸塩）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシン A_1 酒石酸塩：acyl ＝ 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_5 酒石酸塩：acyl ＝ butanoyl

ロイコマイシン A_7 酒石酸塩：acyl ＝ propanoyl

ロイコマイシン A_9 酒石酸塩：acyl ＝ acetyl

ロイコマイシン A_{13} 酒石酸塩：acyl ＝ hexanoyl

（ロイコマイシン A_3, A_4, A_6, A_8 酒石酸塩）

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide mono-(2*R*,3*R*)-tartrate

ロイコマイシン A_3 酒石酸塩：acyl ＝ 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A_4 酒石酸塩：acyl ＝ butanoyl

ロイコマイシン A_6 酒石酸塩：acyl ＝ propanoyl

ロイコマイシン A_8 酒石酸塩：acyl ＝ acetyl

［*37280-56-1*］

本品は，キタサマイシンの酒石酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1300 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$：771.93）としての量をキタサマイシンの質量（力価）で表し，キタサマイシン 1 mg（力価）はロイコマイシン A_5（$C_{39}H_{65}NO_{14}$）0.530 mg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けやすい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 1 g を水 20 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，これに酢酸 *n*-ブチル 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この水層に酢酸 *n*-ブチル 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．分取した液は，酒石酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品　3.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

成分含量比　本品　20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）に溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液　5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりロイコマイシン A_5，ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 の量を求めるとき，それぞれ　40 ～ 70 %，5 ～ 25 % 及び　3 ～ 12 % である．ただし，ロイコマイシン A_4，及びロイコマイシン A_1 のロイコマイシン A_5 に対する相対保持時間は 1.2 及び 1.5 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（77 → 500）に薄めたリン酸（1 → 150）を加えて pH を 5.5 に調整する．この液 370 mL にメタノール 580 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：ロイコマイシン A_5 の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：ロイコマイシン A_5 の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ロイコマイシン A_5 標準品 20 mg 及びジョサマイシン標準品 20 mg を薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かす．この液　5 μL に

つき，上記の条件で操作するとき，ロイコマイシン A_5，ジョサマイシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロイコマイシン A_5 のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液　ロイコマイシン A_5 標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

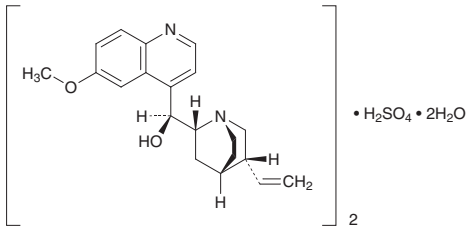
貯　法　容　　器　気密容器．

キニジン硫酸塩水和物

Quinidine Sulfate Hydrate

キニジン硫酸塩

硫酸キニジン



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$：782.94

(9*S*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol hemisulfate monohydrate ［*6591−63−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キニジン硫酸塩〔$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$：746.91〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い．

本品はエタノール（95）又は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい．

本品は光によって徐々に暗色となる．

旋光度　〔α〕$^{20}_{D}$：＋275 ～ ＋287°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 10 mL 及び希硫酸 2 ～ 3 滴を加えて溶かした液は青色の蛍光を発する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，ガラス棒でかき混ぜ，しばらく放置するとき，白色の沈殿を生じ，これに硝酸を滴加するとき，溶ける．

（4） 本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） クロロホルム・エタノール不溶物　本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加えて 50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（2） 類縁物質　本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ジヒドロキニジン硫酸塩は 15.0 % 以下であり，キニーネ硫酸塩及びジヒドロキニーネ硫酸塩は，それぞれ 1.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニジンの保持時間の約 2 倍の範囲

（3） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 M より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，130 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 24.90 mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯 法

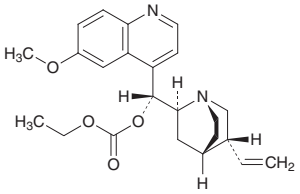
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

キニーネエチル炭酸エステル

Quinine Ethyl Carbonate

エチル炭酸キニーネ



$C_{23}H_{28}N_2O_4$：396.48

Ethyl (8*S*,9*R*)-6′-methoxycinchonan-9-yl carbonate

[*83-75-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，キニーネエチル炭酸エステル（$C_{23}H_{28}N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶で，においはなく，味は初めないが，徐々に苦くなる．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−42.2 ～ −44.0°（脱水物に換算したもの 0.5 g，メタノール，50 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 91 ～ 95 ℃

純度試験

（1） 塩化物 本品 0.30 g に希硝酸 10 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，その 5 mL に硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸キニーネ 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりキニーネエチル炭酸エステルに対する保持時間比約 1.2 に溶出する主不純物の量を求めるとき，10.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のキニーネのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.2 g を水/メタノール混液（1：1）1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 20）で pH 3.5 に調整する．

流量：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ 5 mg ずつを移動相に溶かし，50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニーネ，ジヒドロキニーネ，キニーネエチル炭酸エステル，キニーネエチル炭酸エステルの主不純物の順に溶出し，キニーネとジヒドロキニーネの分離度が 2.7 以上，キニーネとキニーネエチル炭酸エステルの分離度が 5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たキニーネのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：キニーネエチル炭酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

水 分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL に溶かし，無水酢酸 2 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行

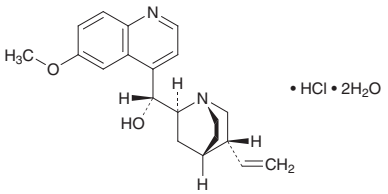
い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.82 mg $C_{23}H_{28}N_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

キニーネ塩酸塩水和物

Quinine Hydrochloride Hydrate
塩酸キニーネ
キニーネ塩酸塩



$C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl・$2H_2O$：396.91
(8*S*,9*R*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol monohydrochloride dihydrate ［*6119−47−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，キニーネ塩酸塩（$C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl：360.88）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶で，においはなく，味は極めて苦い．

本品はエタノール（99.5）に極めて溶けやすく，酢酸（100），無水酢酸又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．また，本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい．

本品は光によって徐々に褐色になる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−245 ～ −255°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）は蛍光を発しないが，その 1 mL に水 100 mL 及び希硫酸 1 滴を加えるとき，青色の蛍光を発する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2） バリウム塩 本品 0.5 g に水 10 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） クロロホルム・エタノール不溶物 本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加え，50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（4） 類縁物質 本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニジン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法により塩酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき，10.0 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 10 mg ずつをメタノール 5 mL に溶かし，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 M より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.04 mg $C_{20}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

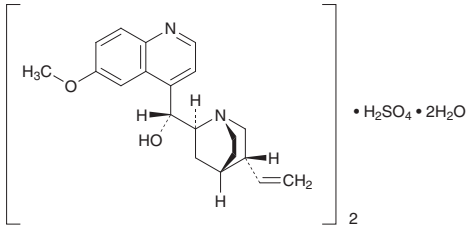
容 器 密閉容器．

キニーネ硫酸塩水和物

Quinine Sulfate Hydrate

キニーネ硫酸塩

硫酸キニーネ



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O$：782.94

(8*S*,9*R*)−6′−Methoxycinchonan−9−ol hemisulfate monohydrate ［*6119−70−6*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，キニーネ硫酸塩〔$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$：746.91〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水，エタノール（95），エタノール（99.5）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−235 ～ −245°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　クロロホルム・エタノール不溶物　本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）15 mL を加えて 50 ℃ で 10 分間加温し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて弱く吸引ろ取し，残留物をクロロホルム/エタノール（99.5）混液（2：1）10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にシンコニジン 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりジヒドロキニーネ硫酸塩の量を求めるとき，5 % 以下である．また，主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43：5：1：1）

流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，キニジン，キニーネ，ジヒドロキニジン，ジヒドロキニーネの順に溶出し，キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 ～ 5.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 24.90 mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

牛脂

Beef Tallow

SEVUM BOVINUM

本品はウシ *Bos taurus* Linné var. *domesticus* Gmelin（*Bovidae*）の新鮮な脂肪組織に水を加え，加熱して溶出し，精製して得た脂肪である．

性　状　本品は白色均質の塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けな

い．

本品は低温で砕くことができるが，30 ℃ 以上で軟化する．

融点：42 ～ 50 ℃

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　193 ～ 200

ヨウ素価〈*1.13*〉　33 ～ 50（試料がシクロヘキサン 20 mL で溶けない場合は，共栓フラスコを温湯中で振り混ぜて溶かす．それでも溶けない場合は，溶剤量を増やす）

純度試験

（1）　水分及び着色度　本品 5.0 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2）　アルカリ　本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物　本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

貯　法　容　　器　密閉容器．

乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチン

Freeze-dried Inactivated Tissue Culture Rabies Vaccine

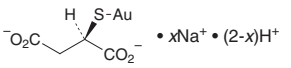
本品は不活化した狂犬病ウイルスを含む乾燥製剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥組織培養不活化狂犬病ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色又は淡黄赤色の澄明な液となる．

金チオリンゴ酸ナトリウム

Sodium Aurothiomalate



及び鏡像異性体

$C_4H_3AuNa_2O_4S$：390.08 と $C_4H_4AuNaO_4S$：368.09 との混合物

Monogold monosodium monohydrogen（2*RS*）-2-Sulfidobutane-1, 4-dioate

Monogold disodium（2*RS*）-2-Sulfidobutane-1, 4-dioate

［*12244-57-4*，金チオリンゴ酸ナトリウム］

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物に対し，金（Au：196.97）49.0 ～ 52.5 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末又は粒である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって緑色を帯びた淡黄色となる．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に硝酸カルシウム四水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，これに希硝酸を加えるとき，沈殿は溶ける．更に酢酸アンモニウム試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL に硝酸銀試液 3 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，過量のアンモニア試液を加えるとき，沈殿は溶ける．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL を磁製るつぼにとり，アンモニア試液 1 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，蒸発乾固した後，強熱する．残留物に水 20 mL を加えてろ過するとき，ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒である．

（4）（3）のろ液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（5）（3）のろ液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.8 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　エタノール　本品約 0.2 g を精密に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，更に水 2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別にエタノール（99.5）3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，エタノールの量は 3.0 % 以下である．

エタノールの量（mg）＝（Q_T / Q_S）× 6 × 0.793

0.793：20 ℃ におけるエタノール（99.5）の密度（g/mL）

内標準溶液　2-プロパノール溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0085 μm，300 ～400 m^2/g）を充てんする．

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件

で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．ただし，水分気化装置を用いる（加熱温度：105 ℃，加熱時間：30 分）．

定 量 法 本品約 25 mg を精密に量り，王水 2 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用金標準液 5 mL，10 mL 及び 15 mL をそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）の濃度と吸光度の関係から得た検量線を用いて試料溶液の金含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：金中空陰極ランプ

波長：242.8 nm

貯　法

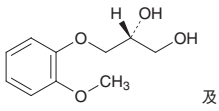
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

グアイフェネシン

Guaifenesin

グアヤコールグリセリンエーテル



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{14}O_4$：198.22

(2*RS*)-3-(2-Methoxyphenoxy)propane-1,2-diol ［*93-14-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアイフェネシン（$C_{10}H_{14}O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグアイフェネシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したグアイフェネシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 80 ～ 83 ℃

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.7 g に水 25 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.020 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g に水 25 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により，検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離グアヤコール　本品 1.0 g をとり，水 25 mL を正確に加え，加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．別にグアヤコール 0.100 g をとり，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，水 22 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液にヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 1.0 mL 及び 4-アミノアンチピリン溶液（1 → 200）5.0 mL ずつを加え，正確に 5 秒間振り混ぜる．直ちに炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 1200）を加えて正確に 100 mL とする．これらの液につき，4-アミノアンチピリン溶液を加えたときから正確に 15 分後に，水 25 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 500 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（6） 類縁物質　本品 1.0 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（40：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びグアイフェネシン標準品を乾燥し，その約 60 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られ

たそれぞれの液の波長 273 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

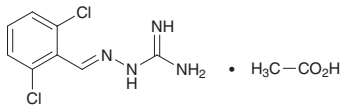
グアイフェネシン（$C_{10}H_{14}O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：グアイフェネシン標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

グアナベンズ酢酸塩

Guanabenz Acetate
酢酸グアナベンズ



$C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$：291.13
(*E*)-(2,6-Dichlorobenzylideneamino)guanidine monoacetate
［*23256-50-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアナベンズ酢酸塩（$C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に，尿素 16 g 及び 1-ナフトール 0.2 g を薄めたエタノール（5 → 6）100 mL に溶かした液 0.5 mL を加え，次に *N*-ブロモスクシンイミド試液 1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品 0.1 g をとり，水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を希塩酸で中和した液は酢酸塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（80：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．更に，この薄層板をヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），50 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.11 mg $C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$

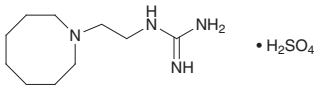
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

グアネチジン硫酸塩

Guanethidine Sulfate
硫酸グアネチジン



$C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$：296.39
1-[2-(Hexahydroazocin-1(2*H*)-yl)ethyl]guanidine monosulfate　［*645-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グアネチジン硫酸塩（$C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：251 ～ 256 ℃（減圧毛細管，分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 4000）4 mL に 1-ナフトール試液 2 mL，ジアセチル試液 1 mL 及び水 15 mL を加え，30 分間放置するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 5.7 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸メチルイソチオ尿素 本品 2.0 g を水酸化ナトリウム試液 80 mL に溶かし，10 分間放置する．次に塩酸 60 mL，臭化ナトリウム 2 g 及び水を加えて溶かし，200 mL とし，1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 0.70 mL 及びヨウ化亜鉛デンプン試液 2 mL を加えるとき，液の色は青色である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.64 mg $C_{10}H_{22}N_4 \cdot H_2SO_4$

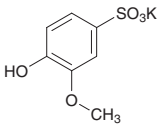
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

グアヤコールスルホン酸カリウム

Potassium Guaiacolsulfonate



$C_7H_7KO_5S$：242.29

Monopotassium 4-hydroxy-3-methoxybenzenesulfonate

［*1321-14-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グアヤコールスルホン酸カリウム（$C_7H_7KO_5S$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品 0.25 g を水に溶かし，500 mL とする．この液 10 mL をとり，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.8 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.030 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグアヤコールスルホン酸カリウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：279 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 20 ～ 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用ジメチルアミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（20：1）

流量：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：グアヤコールスルホン酸カリウム 50 mg 及びグアヤコール 50 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，グアヤコール，グアヤコールスルホン酸カリウムの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たグアヤコールスルホン酸カリウムのピーク高さが 10 mm 以上になるように調整する．

面積測定範囲：グアヤコールスルホン酸カリウムの保持時間の約 2 倍の範囲

水 分〈*2.48*〉 3.0 ～ 4.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.23 mg $C_7H_7KO_5S$

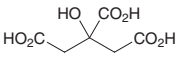
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

無水クエン酸

Anhydrous Citric Acid



$C_6H_8O_7$：192.12

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid ［*77-92-9*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸（$C_6H_8O_7$）99.5 ～ 100.5 % を含む．

◆性　状　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．◆

◆確認試験　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g を水に溶かして 10 mL とするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液 (1)，比較液 (2) 又は比較液 (3) より濃くない．

比較液 (1)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

比較液 (2)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 7.2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

比較液 (3)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g を水に溶かして 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール (99.5)（3 → 10）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール (99.5)（3 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液（1 → 4）3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸 (31) 0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する．

（3）　シュウ酸　本品 0.80 g を水 4 mL に溶かした液に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，1 分間煮沸する．2 分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液（1 → 100）0.25 mL を加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（1 → 20）0.25 mL を加えて振り混ぜた後，30 分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない．

比較液：シュウ酸二水和物溶液（1 → 10000）4 mL に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，以下同様に操作する．

◆（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)．◆

（5）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液 K より濃くない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.55 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

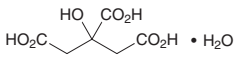
1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 64.04 mg $C_6H_8O_7$

◆貯　法　容　　器　気密容器．◆

クエン酸水和物

Citric Acid Hydrate

クエン酸



$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$：210.14

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate

［*5949-29-1*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，無水クエン酸（$C_6H_8O_7$：192.12）99.5 ～ 100.5 % を含む．

◆性　状　本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール (95) に溶けやすい．

本品は乾燥空気中で風解する．◆

◆確認試験　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，

両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.◆

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水に溶かして 10 mL とするとき，液は澄明であり，その色は次の比較液 (1)，比較液 (2) 又は比較液 (3) より濃くない.

比較液 (1)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする.

比較液 (2)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 7.2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする.

比較液 (3)：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g を水に溶かして 30 mL とし，試料溶液とする．別に硫酸カリウム 0.181 g を薄めたエタノール (99.5) (3 → 10) に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール (99.5) (3 → 10) を加えて正確に 100 mL とする．この液 4.5 mL に塩化バリウム二水和物溶液 (1 → 4) 3 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液 2.5 mL に試料溶液 15 mL 及び酢酸 (31) 0.5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：硫酸カリウム 0.181 g を水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液を試料溶液の代わりに用いて，同様に操作する.

（3） シュウ酸 本品 0.80 g を水 4 mL に溶かした液に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，1 分間煮沸する．2 分間放置後，上澄液をとり，これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液 (1 → 100) 0.25 mL を加え，沸騰するまで加熱した後，急冷する．この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液 (1 → 20) 0.25 mL を加えて振り混ぜた後，30 分間放置するとき，液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない.

比較液：シュウ酸二水和物溶液 (1 → 10000) 4 mL に塩酸 3 mL 及び亜鉛 1 g を加え，以下同様に操作する.

◆（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).◆

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱し，直ちに急冷する．液の色は色の比較液 K より濃くない.

水 分〈*2.48*〉 7.5 ～ 9.0 % (0.5 g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品約 0.55 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴).

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 64.04 mg $C_6H_8O_7$

◆**貯 法 容 器** 気密容器.◆

クエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液

Gallium (^{67}Ga) Citrate Injection

本品は水性の注射剤である.

本品はガリウム-67 をクエン酸ガリウムの形で含む.

本品は放射性医薬品基準のクエン酸ガリウム（^{67}Ga）注射液の条に適合する.

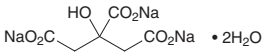
本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない.

性 状 本品は無色～淡赤色澄明の液である.

クエン酸ナトリウム水和物

Sodium Citrate Hydrate

クエン酸ナトリウム



$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10

Trisodium 2-hydroxypropane-1, 2, 3-tricarboxylate dihydrate

[*6132-04-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クエン酸ナトリウム ($C_6H_5Na_3O_7$：258.07) 99.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，清涼な塩味がある.

本品は水に溶けやすく，エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はクエン酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 8.5 である.

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.015 % 以下).

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をとり，水に溶かし，40 mL とする．これに希塩酸 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下).

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (10 ppm 以下).

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

（6） 酒石酸塩 本品 1.0 g に水 2 mL，酢酸カリウム試液 1 mL 及び酢酸 (31) 1 mL を加え，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶性の沈殿を生じない.

（7） シュウ酸塩 本品 1.0 g に水 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かし，エタノール (95) 4 mL 及び塩化カルシウム試液 0.2 mL を加え，1 時間放置するとき，液は澄明である.

（8） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．ただし，90 ℃ で 1 時間加熱する．液の色は色の比較液 K より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 10.0 ～ 13.0 %（1 g，180 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 30 mL を加え，加温して溶かした後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.602 mg $C_6H_5Na_3O_7$

貯 法 容 器 気密容器．

診断用クエン酸ナトリウム液
Diagnostic Sodium Citrate Solution

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物（$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10）3.3 ～ 4.3 w/v% を含む．

本品は水性の注射剤の規定を準用する．

製 法

クエン酸ナトリウム水和物	38 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

定 量 法 本品 5 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 180 ℃ で 2 時間乾燥した後，これに酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.803 mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

輸血用クエン酸ナトリウム注射液
Sodium Citrate Injection for Transfusion

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，クエン酸ナトリウム水和物（$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$：294.10）9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

クエン酸ナトリウム水和物	100 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

エンドトキシン〈4.01〉 5.6 EU/mL 未満．

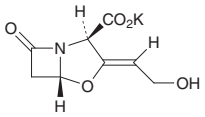
採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 180 ℃ で 2 時間乾燥した後，これに酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.803 mg $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

クラブラン酸カリウム
Potassium Clavulanate



$C_8H_8KNO_5$：237.25

Monopotassium (2*R*,5*R*)-3-[(1*Z*)-2-hydroxyethylidene]-7-oxo-4-oxa-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*61177-45-5*]

本品は，*Streptomyces clavuligerus* の培養によって得られる β ラクタマーゼ阻害活性を有する化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 810 ～ 860 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クラブラン酸（$C_8H_9NO_5$：199.16）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）1 mL にイミダゾール試液 5 mL を加え，30 ℃ の水浴中で 12 分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はカリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋53 ～ ＋63°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクラブラン酸以外の各々のピーク面積は標準溶液のクラブラン酸のピーク面積より大きくない．また試料溶液のクラブラン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液にリン酸を加えて pH 4.0 に調整する．

移動相 B：移動相 A/メタノール混液（1：1）

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 4	100	0
4 ～ 15	100 → 0	0 → 100
15 ～ 25	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：クラブラン酸の保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たクラブラン酸のピーク面積が，標準溶液のクラブラン酸のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びアモキシシリン 10 mg ずつを移動相 A 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，アモキシシリンの順に溶出し，その分離度は 8 以上であり，クラブラン酸のピークの理論段数は 2500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，クラブラン酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 1.5 % 以下（5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びクラブラン酸リチウム標準品約 12.5 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水 30 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラブラン酸（$C_8H_9NO_5$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クラブラン酸リチウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 スルファニルアミド 0.3 g をメタノール 30 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900 mL に溶かし，薄めた酢酸（31）（2 → 5）を用いて pH 4.5 に調整した後，メタノール 30 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．

流量：クラブラン酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グラミシジン

Gramicidin

［1405-97-6］

本品は，*Bacillus brevis* Dubos の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，グラミシジンとしての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 10 mg に 6 mol/L 塩酸試液 2 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴中で 30 分間加熱する．冷後，6 mol/L 水酸化ナトリウム試液で中和した後，ニンヒドリン

試液 1 mL 及びピリジン 0.5 mL を加えて 2 分間加熱するとき，液は青紫色～赤紫色を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグラミシジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の比濁法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Enterococcus hirae* ATCC 10541 を用いる．

（ii） 試験菌移植用カンテン培地 ブドウ糖 10.0 g，カゼイン製ペプトン 5.0 g，酵母エキス 20.0 g，リン酸二水素カリウム 2.0 g，ポリソルベート 80 0.1 g 及び，カンテン 15.0 g をとり，水 1000 mL を加え，滅菌後の pH が 6.7 ～ 6.8 となるように調整した後，滅菌する．

（iii） 試験菌懸濁用液状培地 培地（2）を用いる．

（iv） 試験菌液の調製 試験菌を試験菌移植用カンテン培地約 10 mL を内径約 16 mm の試験管に分注した高層培地に穿刺し，36.5 ～ 37.5 ℃ で 20 ～ 24 時間，少なくとも 3 回継代培養した後，1 ～ 5 ℃ に保存する．この継代培養した菌を試験菌懸濁用液状培地 10 mL に移植し，36.5 ～ 37.5 ℃ で 20 ～ 24 時間培養し，試験菌原液とする．用時，この試験菌原液を試験菌懸濁用液状培地に加え，波長 580 nm における透過率が 50 ～ 60 % になるように調整し，この液 1 容に試験菌懸濁用液状培地 200 容を加え，試験菌液とする．

（v） 標準溶液 グラミシジン標準品適量を 60 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，プロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液を加えて 1 mL 中に 0.02 μg（力価）を含む液を調製し，標準溶液とする．

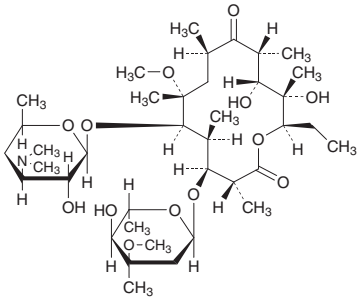
（vi） 試料溶液 本品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，プロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液を加えて 1 mL 中に 0.02 μg（力価）を含む液を調製し，試料溶液とする．

（vii） 操作法 標準溶液 0.155 mL，0.125 mL，0.100 mL，0.080 mL 及び 0.065 mL，試料溶液 0.100 mL，及びプロピレングリコール 390 mL にエタノール（99.5）/アセトン混液（9：1）210 mL 及び滅菌精製水適量を加えて 1000 mL とした液 0.100 mL ずつをとり，それぞれ内径約 14 mm，長さ約 15 cm の試験管 3 本ずつに入れる．各試験管に試験菌液 10 mL を加え，ふたをし，36.5 ～ 37.5 ℃ の水浴中で 180 ～ 270 分間培養する．培養後，ホルムアルデヒド液溶液（1 → 3）0.5 mL を各試験管に加え，波長 580 nm における透過率を測定する．

貯 法 容 器 気密容器．

クラリスロマイシン

Clarithromycin



$C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95

(2*R*,3*S*,4*S*,5*R*,6*R*,8*R*,10*R*,11*R*,12*S*,13*R*)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-11,12-dihydroxy-6-methoxy-2,4,6,8,10,12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-olide

[*81103-11-9*]

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1050 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて静かに振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えるとき，液はだいだい色を呈し，直ちに赤色～深紫色に変わる．

（3） 本品及びクラリスロマイシン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとクラリスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品及びクラリスロマイシン標準品 10 mg ずつをクロロホルム 4 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：5：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸を均等に噴霧した後，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黒紫色を呈し，それら

の R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−87 ～ −97°（脱水物に換算したもの 0.25 g，クロロホルム，25 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 220 ～ 227 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量は 2.0 % 以下であり，類縁物質の合計は 5.0 % 以下である．なお，0.05 % 未満のピークは削除する．

脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100$

脱水物に換算した本品中の類縁物質の合計（%）

$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_T / A_S) \times 100$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量（mg）

W_T：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

A_S：標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積

A_T：試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

ΣA_T：試料溶液のクラリスロマイシン以外のピーク面積の合計

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：試料溶液注入後 2 分から主ピークの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL から得たクラリスロマイシンのピーク面積が標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品及びクラリスロマイシン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3)/アセトニトリル混液（13：7）

流量：クラリスロマイシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容　器　密閉容器．

クラリスロマイシン錠

Clarithromycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$：747.95）を含む．

製　法　本品は「クラリスロマイシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クラリスロマイシン」60 mg（力価）に対応する量をとり，アセトン 40 mL を加え 10 分間振り混ぜた後，毎分 4000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液 30 mL をとり，溶媒を留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2980 cm^{-1}，2940 cm^{-1}，1734 cm^{-1}，1693 cm^{-1}，1459 cm^{-1}，1379 cm^{-1} 及び 1171 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，内標準溶液（1）V/20 mL を正確に加え，更に表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン

($C_{38}H_{69}NO_{13}$) 約 5 mg（力価）を含む液となるように移動相を加えて V mL とし，時々強く振り混ぜながら 20 分間超音波処理を行う．この液を毎分 4000 回転で 15 分間遠心分離した後，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．以下定量法を準用する．

本品 1 錠中のクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 10)$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液（1） パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 1000）
内標準溶液（2） 内標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．

溶 出 性 〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 6.0 の 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 28 μg（力価）を含む液となるように移動相を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にクラリスロマイシン標準品約 28 mg（力価）を精密に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクラリスロマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠及び 200 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上及び 75 % 以上である．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］
C：1 錠中のクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の表示量［mg(力価)］

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，クラリスロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 5 個以上をとり，表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 8 mg（力価）を含む液となるように，薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3）を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，表示量に従いクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）100 mg（力価）当たり内標準溶液（1）1 mL を正確に加え，更に表示量に従い 1 mL 中にクラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）約 5 mg（力価）を含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて，時々強く振り混ぜながら 10 分間超音波処理した後，毎分 4000 回転で 15 分間遠心分離し，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液 2 mL を量り，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に，クラリスロマイシン標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液（2）2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クラリスロマイシン（$C_{38}H_{69}NO_{13}$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：クラリスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

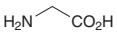
内標準溶液（1） パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 → 1000）
内標準溶液（2） 内標準溶液（1）1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 3)/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（13：7）
流量：クラリスロマイシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を行うとき，クラリスロマイシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクラリスロマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

グリシン

Glycine

アミノ酢酸



$C_2H_5NO_2$：75.07

Aminoacetic acid ［*56-40-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，グリシン（$C_2H_5NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.6 ～ 6.6 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

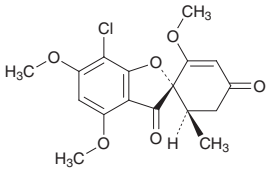
定 量 法　本品を乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 7.507 mg $C_2H_5NO_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

グリセオフルビン

Griseofulvin



$C_{17}H_{17}ClO_6$：352.77

(2*S*,6′*R*)-7-Chloro-2′,4,6-trimethoxy-6′-methylspiro[benzo[*b*]furan-2(3*H*),1′-(cyclohex-2′-ene)]-3,4′-dione ［*126-07-8*］

本品は，*Penicillium griseofulvum* 又は *Penicillium janczewskii* の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 960 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，グリセオフルビン（$C_{17}H_{17}ClO_6$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリセオフルビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はグリセオフルビン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+350 ～ +364°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　218 ～ 222 ℃

純度試験

（1）　酸　本品 0.25 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（25 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にグリセオフルビン標準品 5.0 mg に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更にアセトンを加えて溶かし，10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデクロログリセオフルビン（グリセオフルビンに対する相対保持時間約 0.6）のピーク面積の比 Q_1，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するデヒドログリセオフルビン（グリセオフルビンに対する相対保持時間約 1.2）のピーク面積の比 Q_2 及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比 Q_S を求めるとき，Q_1/Q_S は 0.6 以下であり，Q_2/Q_S は 0.15 以下である．

内標準溶液 9,10-ジフェニルアントラセンのアセトン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 4 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル-25 % シアノプロピル-メチルシリコーンポリマーを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：250 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：270 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：300 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：グリセオフルビンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，内標準溶液のアセトン溶液（1 → 10）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 μL から得た内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比が標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，グリセオフルビンの順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

（5） 石油エーテル可溶物 本品 1.0 g に石油エーテル 20 mL を加えて振り混ぜ，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する．冷後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 15 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で石油エーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.2 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びグリセオフルビン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

グリセオフルビン（$C_{17}H_{17}ClO_6$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：グリセオフルビン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：グリセオフルビンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グリセオフルビン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するグリセオフルビンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グリセリン

Glycerin

グリセロール

$C_3H_8O_3$：92.09

本品は定量するとき，グリセリン（$C_3H_8O_3$）84.0 ～ 87.0 % を含む．

性 状 本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．

本品は水又はエタノール（99.5）と混和する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.449 ～ 1.454

比　重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.221 ～ 1.230

純度試験

（1） 色　本品 50 mL をネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.40 mL をネスラー管にとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 液性　本品 2 mL に水 8 mL を混和するとき，液は中性である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．

（5） アンモニウム　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（6） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（7） カルシウム （2）の液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（9） アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL を混和し，60 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液 3 滴を加えて 5 分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．

(10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品 50 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL 及び正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて 15 分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 3.0 mL 以下である（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

(11) 硫酸呈色物　本品 5 mL に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を注意して加え，18 ～ 20 ℃ で徐々に混和し，常温で 1 時間放置するとき，液の色は色の比較液 H より濃くない．

水　分〈2.48〉 13 ～ 17 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 本品約 10 g をるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は 0.01 % 以下である．

定 量 法　本品約 0.2 g を共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液 50 mL を正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約 30 分間放置する．この液に水/エチレングリコール混液（1：1）10 mL を加え，更に約 20 分間放置した後，水 100 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

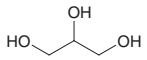
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.209 mg $C_3H_8O_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

濃グリセリン

Concentrated Glycerin

濃グリセロール



$C_3H_8O_3$：92.09

Propane-1,2,3-triol ［*56-81-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，グリセリン（$C_3H_8O_3$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色澄明の粘性の液で，味は甘い．

本品は水又はエタノール（99.5）と混和する．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.470 以上．

比　重〈2.56〉 d_{20}^{20}：1.258 以上．

純度試験

（1） 色　本品 50 mL をネスラー管にとり，上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.40 mL をネスラー管にとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 液性　本品 2 mL に水 8 mL を混和するとき，液は中性である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.001 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．

（5） アンモニウム　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（6） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（7） カルシウム （2）の液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（9） アクロレイン，ブドウ糖又はその他の還元性物質　本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL を混和し，60 ℃ の水浴中で 5 分間加温するとき，液は黄色を呈しない．また，水浴中から取り出し，直ちに硝酸銀試液 3 滴を加えて 5 分間暗所に放置するとき，液は変色又は混濁しない．

(10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル　本品 50 g に新たに煮

沸して冷却した水 50 mL 及び正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて 15 分間煮沸し，冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 3.0 mL 以下である（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

(11) 硫酸呈色物　本品 5 mL に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を注意して加え，18 ～ 20 ℃ で徐々に混和し，常温で 1 時間放置するとき，液の色は色の比較液 H より濃くない．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（6 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 本品約 10 g をるつぼに入れて精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残分は 0.01 % 以下である．

定 量 法　本品約 0.2 g を共栓三角フラスコに精密に量り，水 50 mL を加えて混和し，過ヨウ素酸ナトリウム試液 50 mL を正確に加えて振り混ぜた後，室温で暗所に約 30 分間放置する．この液に水/エチレングリコール混液（1：1）10 mL を加え，更に約 20 分間放置した後，水 100 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.209 mg $C_3H_8O_3$

貯 法 容 器　気密容器．

グリセリンカリ液

Glycerin and Potash Solution

製　法

水酸化カリウム	3 g
グリセリン	200 mL
エタノール	250 mL
芳香剤	適 量
常水又は精製水	適 量
全　量	1000 mL

「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」の一部を加えて溶かした後，「グリセリン」，「エタノール」，芳香剤及び残りの「常水」又は「精製水」を加え，ろ過して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに対応量の「濃グリセリン」を用いて製することができる．

性　状　本品は無色澄明の液で，芳香がある．

本品の水溶液（1 → 5）の pH は約 12 である．

比重　d_{20}^{20}：約 1.02

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 2）はアルカリ性である（水酸化カリウム）．

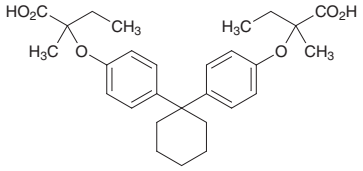
（2） 本品の水溶液（1 → 10）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（3） 本品はカリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

貯 法 容 器　気密容器．

クリノフィブラート

Clinofibrate



$C_{28}H_{36}O_6$：468.58

2,2′-(4,4′-Cyclohexylidenediphenoxy)-2,2′-dimethyldibutanoic acid ［*30299-08-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クリノフィブラート（$C_{28}H_{36}O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，におい及び味はない．

本品はメタノール，エタノール（99.5），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 146 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸（100）混液（12：5：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 50 mg をとり，塩化チオニル 0.4 mL を加え，密栓して，60 ℃ の水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加温した後，減圧，60 ℃ 以下で過剰の塩化チオニルを留去する．残留物を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン

2 mL に溶かし，D-(+)-α-メチルベンジルアミン 0.15 g を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン 5 mL に溶かした液 2 mL を加え，軽く振り混ぜ，10 分間放置した後，減圧，60 ℃ 以下でトルエンを留去する．残留物をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間 40 分付近に近接して現れる 3 個のピークにつき，溶出順にその面積A_a，A_b及びA_cを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b+A_c)\times 100$ は 40 ～ 70 である．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2-プロパノール混液（500：3）

流量：クリノフィブラートの 3 つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約 35 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，3 つのピークが完全に分離するものを用いる．

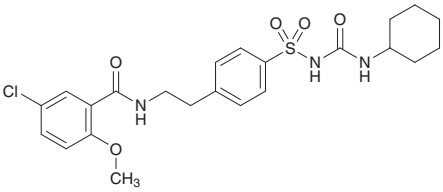
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.45 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL に溶かし，これに水 30 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 23.43 mg $C_{28}H_{36}O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

グリベンクラミド

Glibenclamide



$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$：494.00

4-[2-(5-Chloro-2-methoxybenzoylamino)ethyl]-*N*-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide

[*10238-21-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グリベンクラミド（$C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 169 ～ 174 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/クロロホルム/薄めたアンモニア試液（4 → 5）混液（11：7：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に水 18 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

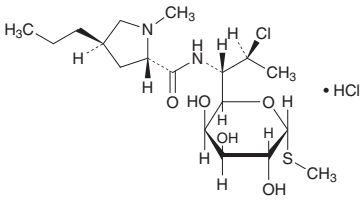
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 49.40 mg $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$

貯 法 容 器 気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩

Clindamycin Hydrochloride

塩酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S \cdot HCl$：461.44

Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride ［*21462-39-5*］

本品は，リンコマイシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1 mg 当たり 759 ～ 902 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験　本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜるとき，液は白濁する．これにペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて再び振り混ぜ，60 ～ 65 ℃ で 10 分間放置した後，希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋135 ～ ＋150°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

水　分〈*2.48*〉　6.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　クリンダマイシン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 250 mL とし，標準原液とする．標準原液は 15 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 250 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容　器　気密容器．

クリンダマイシン塩酸塩カプセル

Clindamycin Hydrochloride Capsules

塩酸クリンダマイシンカプセル

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するクリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）を含む．

製　法　本品は「クリンダマイシン塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「クリンダマイシン塩酸塩」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/トルエン/アンモニア水（28）混液（140：60：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに L-酒石酸溶液（1 → 5）500 mL に次硝酸ビスマス試液 50 mL を加えた液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，移動相を加え，30 分間振り混ぜた後，本品の表示量に従い 1 mL 中に「クリンダマイシン塩酸塩」0.75 mg（力価）を含む液となるように移動相を加えて正確に V mL とする．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約 75 mg（力価）を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の量［mg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加え，pH 7.5 に調整する．この液 550 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加える．

流量：クリンダマイシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件

で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性 〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，75 mg カプセルは 15 分後，150 mg カプセルは 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクリンダマイシン塩酸塩約 83 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にクリンダマイシン塩酸塩標準品約 17 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクリンダマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 75 mg カプセルの 15 分間及び 150 mg カプセルの 30 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上である．

クリンダマイシン塩酸塩の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 450$$

W_S：クリンダマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

C：1 カプセル中のクリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の表示量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液に 8 mol/L 水酸化カリウム試液を加え，pH 7.5 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：クリンダマイシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クリンダマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，培地及び標準溶液は「クリンダマイシン塩酸塩」の定量法を準用する．

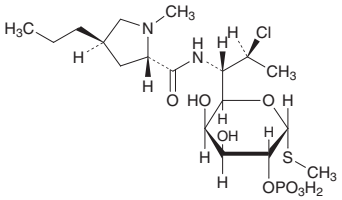
（ii） 試料溶液 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温に放置してジエチルエーテルを揮散し，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「クリンダマイシン塩酸塩」約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて激しく振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に約 100 μg（力価）を含む液を調製し，必要ならばろ過する．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

クリンダマイシンリン酸エステル

Clindamycin Phosphate

リン酸クリンダマイシン



$C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$：504.96

Methyl 7-chloro-6,7,8-trideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-*threo*-α-D-*galacto*-octopyranoside 2-dihydrogenphosphate

［*24729-96-2*］

本品は，クリンダマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 800 ～ 846 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$：424.98）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験 本品を 100 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は 100 ℃ で 2 時間乾燥したクリンダマイシンリン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+115 ～ +130°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH 〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステルに対する相対保持時間が約 1.8 のクリンダマイシンのピーク面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のクリンダマイシンリン酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクリンダマイシンリン酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の約 7 ～ 13 % になることを確認する．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びクリンダマイシンリン酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 25 mL を正確に加えて溶かした後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クリンダマイシン（$C_{18}H_{33}ClN_2O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：クリンダマイシンリン酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液（3 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10.54 g を水 775 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液にアセトニトリル 225 mL を加える．

流量：クリンダマイシンリン酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クリンダマイシンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

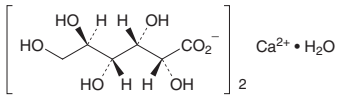
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクリンダマイシンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.5 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

グルコン酸カルシウム水和物

Calcium Gluconate Hydrate

グルコン酸カルシウム



$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$：448.39

Monocalcium di-D-gluconate monohydrate ［299-28-5］

本品を乾燥したものは定量するとき，グルコン酸カルシウム水和物（$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$）99.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品及び薄層クロマトグラフィー用グルコン酸カルシウム 10 mg ずつに水 1 mL を加え，加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(95)/水/アンモニア水（28)/酢酸エチル混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，110 ℃ で 20 分間加熱する．冷後，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物・硫酸セリウム（Ⅳ）試液を均等に噴霧し，風乾後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの色調及び R_f 値は等しい．

（2） 本品の水溶液（1 → 40）はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+6 ～ +11°（乾燥後，0.5 g，水，加温，冷後，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.071 % 以

下).

(3) 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下).

(4) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g に水 30 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下).

(5) ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g に水 5 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う (3.3 ppm 以下).

(6) ショ糖及び還元糖 本品 0.5 g に水 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，5 分間放置し，水を加えて 20 mL とし，ろ過する．ろ液 5 mL にフェーリング試液 2 mL を加えて 1 分間煮沸するとき，直ちにだいだい黄色～赤色の沈殿を生じない.

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下 (1 g，80 ℃，2 時間).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL 及び NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

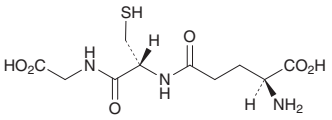
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 22.42 mg $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$

貯 法 容 器 密閉容器.

グルタチオン

Glutathione

グルタチオン (還元型)



$C_{10}H_{17}N_3O_6S$：307.32

(2*S*)-2-Amino-4-[1-(carboxymethyl)carbamoyl-(2*R*)-2-sulfanylethylcarbamoyl]butanoic acid [*70-18-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，グルタチオン ($C_{10}H_{17}N_3O_6S$) 98.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール (99.5) にほとんど溶けない.

融点：約 185 ℃ (分解).

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－15.5 ～ －17.5° (乾燥後，2 g，水，50 mL，100 mm).

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

(2) 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のグルタチオンの保持時間の約 4 倍の保持時間のピークの面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の 3/4 より大きくない．また，試料溶液のグルタチオン以外のピークの合計面積は，標準溶液のグルタチオンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.02 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 3.0 に調整する．この液 970 mL にメタノール 30 mL を加える.

流量：グルタチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグルタチオンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たグルタチオンのピーク面積が，標準溶液のグルタチオンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する.

システムの性能：グルタチオン 0.05 g，D-フェニルグリシン 0.01 g 及びアスコルビン酸 0.05 g を水 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アスコルビン酸，グルタチオン，D-フェニルグリシンの順に溶出し，アスコルビン酸とグルタチオンの分離度及びグルタチオンと D-フェニルグリシンの分離度はそれぞれ 5 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グルタチオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である.

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタリン酸溶液 (1 → 50) 50 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ

素液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 30.73 mg $C_{10}H_{17}N_3O_6S$

貯　法　容　　器　気密容器．

クレオソート
Creosote

本品はモクタールから得たフェノール類の混合物である．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は舌をやくようである．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は光を強く屈折する．

本品は光又は空気によって徐々に変色する．

確認試験　本品の飽和水溶液 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈するが，速やかに混濁し，次に青色，汚緑色を経て褐色に変わる．

比　重〈2.56〉　d^{20}_{20}：1.076 以上．

純度試験

（1）　塩基及び炭化水素　本品 1.0 mL に水酸化ナトリウム試液 9 mL を加えて振り混ぜるとき，澄明に溶け，液は暗色を呈しない．これに水 50 mL を追加するとき，液はほとんど澄明である．

（2）　フェノール又は石炭タール製クレオソート　本品に等容量のコロジオンを加えて振り混ぜるとき，にかわ状の物質を生じない．

（3）　他の不純物　本品 1.0 mL に石油ベンジン 2 mL を加え，水酸化バリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，放置するとき，上層は青色又は汚褐色を呈しない．また，下層は赤色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　200 ～ 220 ℃，85 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレゾール
Cresol

C_7H_8O：108.14

本品はクレゾール異性体の混合物である．

性　状　本品は無色又は黄色～黄褐色澄明の液で，フェノールのようなにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にやや溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液はブロモクレゾールパープル試液に対して中性である．

本品は光を強く屈折させる．

本品は光により，また，長く放置するとき，暗褐色となる．

確認試験　本品の飽和水溶液 5 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

比　重〈2.56〉　d^{20}_{20}：1.032 ～ 1.041

純度試験

（1）　炭化水素　本品 1.0 mL を水 60 mL に溶かすとき，その混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水 54 mL に 0.005 mol/L 硫酸 6.0 mL 及び塩化バリウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜた後，5 分間放置する．

（2）　イオウ化合物　本品 20 mL を 100 mL の三角フラスコにとり，フラスコの口に潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙をおき，水浴上で 5 分間加温するとき，酢酸鉛（Ⅱ）紙は黄色を呈することがあっても，褐色又は暗色を呈しない．

蒸留試験〈2.57〉　196 ～ 206 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレゾール水
Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール 1.25 ～ 1.60 vol% を含む．

製　法

クレゾール石ケン液	30 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性　状　本品は黄色の澄明又はわずかに混濁した液で，クレゾールのにおいがある．

確認試験　定量法で得た油層 0.5 mL に水 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（1）　試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　試料溶液 5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，淡黄色綿状の沈殿を生じる．

定 量 法　本品 200 mL を正確に量り，500 mL の蒸留フラスコに入れ，塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え，蒸留装置を連結する．受器には塩化ナトリウムの粉末 30 g 及び正確にケロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が 90 mL になったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15 分間放置する．次に 15 ℃ に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして 3 時間以上放置し，析出する油滴を弱く揺り動かし 1 ～ 2 分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値（mL）から 3 mL を減じ，クレゾールの量（mL）とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

クレゾール石ケン液

Saponated Cresol Solution

本品は定量するとき，クレゾール 42 ～ 52 vol% を含む．

製　法

クレゾール	500 mL
植物油	300 mL
水酸化カリウム	適 量
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」適量を加えて溶かし，この液をあらかじめ加温した植物油に加え，必要ならば「エタノール」適量を添加し，よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける．けん化が完了した後，「クレゾール」を加えて澄明になるまでよくかき混ぜ，適量の「常水」又は「精製水」を加えて，全量を 1000 mL として製する．ただし，「水酸化カリウム」の代わりに「水酸化ナトリウム」の対応量を使用することができる．

性　状　本品は黄褐色～赤褐色の粘稠性のある液で，クレゾール臭がある．

本品は水，エタノール（95）又はグリセリンと混和する．

本品はアルカリ性である．

確認試験　純度試験（3）の留出した液につき，「クレゾール」の確認試験を準用する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品 0.50 mL に中和エタノール 10 mL を混和し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴及び 1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　未けん化物　本品 1.0 mL に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は澄明である．

（3）　クレゾール留分　本品 180 mL を 2000 mL の蒸留フラスコに入れ，水 300 mL 及び希硫酸 100 mL を加え，水蒸気蒸留を行い，留出液が澄明になったとき，冷却器の水を除き蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，再び冷却水を通じ 5 分間蒸留する．留液に，留液 100 mL 当たり，塩化ナトリウム 20 g を加えて溶かした後，放置して析出する澄明の油層を分取し，乾燥用塩化カルシウムを粉末としたもの 15 g をよく振り混ぜながら，少量ずつ加え，4 時間放置した後，ろ過し，ろ液 50 mL を正確に量り，蒸留するとき 196 ～ 206 ℃ で 43 mL 以上を留出する．

定 量 法　本品 5 mL を正確に量り，500 mL の蒸留フラスコに入れ，用いたピペットは 15 分間垂直に保持して内容液を流出させた後，水 200 mL，塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え，蒸留装置を連結し，受器には塩化ナトリウムの粉末 30 g 及び正確にケロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し，留液が 90 mL になったとき，冷却器の水を除き，蒸留を続け，その先端から水蒸気が出始めたとき，蒸留をやめ，カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし，15 分間放置する．次に 15 ℃ に冷却し，塩化ナトリウムを飽和した水を加え，時々振り動かして 3 時間以上放置し，析出する油滴を弱く振り動かし 1 ～ 2 分間放置して油層に合わせ，油層の容量を量り，得た値（mL）から 3 mL を減じクレゾールの量（mL）とする．

貯　法

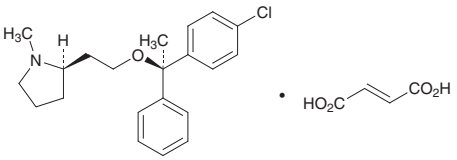
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クレマスチンフマル酸塩

Clemastine Fumarate

フマル酸クレマスチン



$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$：459.96

(2*R*)-2-{2-[(1*R*)-1-(4-Chlorophenyl)-1-phenylethoxy]ethyl}-1-methylpyrrolidine monofumarate

[*14976-57-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クレマスチンフマル酸塩（$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜて溶かすとき，液は黄色を呈する．この液を水 10 mL 中に徐々に滴加するとき，液の色は直ちに消える．

（2）　本品 0.01 g に発煙硝酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，薄めた塩酸（1 → 2）2 mL 及び亜鉛粉末 0.2 g を加え，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液に水 20 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液（1 → 50000）5 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5 mL を加え，10 分間加温するとき，液は赤紫色を呈する．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（5）　本品 0.04 g 及び薄層クロマトグラフィー用フマル酸 0.01 g をとり，それぞれにエタノール（95）/水混液（4：1）2 mL を加えて穏やかに加温して溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液（90：7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得たスポットのうち R_f 値が大きい方のスポットは，標準溶液から得たスポットと R_f 値が等しい．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋16 ～ ＋18°（乾燥後，0.1 g，メタ

ノール，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　176 ～ 180 ℃（分解）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）の 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（90：10：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，直ちに過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 46.00 mg $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$

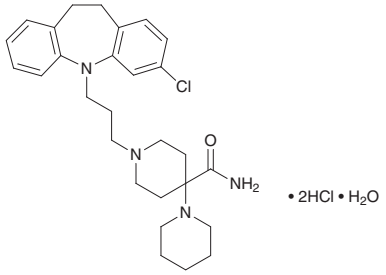
貯 法 容　器　気密容器．

クロカプラミン塩酸塩水和物

Clocapramine Hydrochloride Hydrate

塩酸クロカプラミン

クロカプラミン塩酸塩



$C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl \cdot H_2O$：572.01

1′-[3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)propyl]-[1,4′-bipiperidine]-4′-carboxamide dihydrochloride monohydrate

[*28058-62-0*，クロカプラミン二塩酸塩]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロカプラミン塩酸塩（$C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$：553.99）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），クロロホルム又はイソプロピルアミンに溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 260 ℃（分解，乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）5 mL に硝酸 1 mL を加えるとき，液の色は初め青色を呈し，直ちに濃くなり，更に緑色～黄緑色に変わる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品 0.1 g に水 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をクロロホルム/イソプロピルアミン混液（99：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/イソプロピルアミン混液（99：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：70：40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 ～ 3.5 %（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.70 mg $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

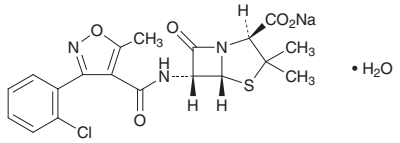
容　　器　気密容器．

クロキサシリンナトリウム水和物

Cloxacillin Sodium Hydrate

クロキサシリンナトリウム

メチルクロルフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S \cdot H_2O$：475.88

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2-chlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate　[*7081-44-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 960 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロキサシリン（$C_{19}H_{18}ClN_3O_5S$：435.88）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋163 ～ ＋171°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロキサシリン以外の個々のピークの面積は標準溶液のクロキサシリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 4.953 g を水 700 mL に溶かし，アセトニトリル 250 mL を加える．この液にリン酸を加えて pH を 4.0 に調整した後，水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：クロキサシリンの保持時間が約 24 分になるように調整する．

面積測定範囲：クロキサシリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たクロキサシリンのピーク面積が，標準溶液のクロキサシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：クロキサシリンナトリウム標準品約 50 mg を正確に量り，適量の移動相に溶かし，グアイフェネシンの移動相溶液（1 → 200）5 mL を加え，更に移動相を加えて正確に 50 mL とし，システム適

合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，グアイフェネシン，クロキサシリンの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，グアイフェネシンのピーク面積に対するクロキサシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 3.0 ～ 4.5 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

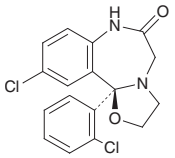
（iii）　標準溶液　クロキサシリンナトリウム標準品約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容　器　気密容器．

クロキサゾラム

Cloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$：349.21

(11b*RS*)-10-Chloro-11b-(2-chlorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one　[*24166-13-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロキサゾラム（$C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けにくく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，加熱して溶かした後，塩酸 1 滴を加えるとき，液は淡黄色を呈し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．また，この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の色及び蛍光は直ちに消える．

（2）　本品 0.01 g をとり，希塩酸 5 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱して溶かし，冷却する．この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（3）　本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り，エタノール（95）50 mL 及び水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え，還流冷却器を付け 4 時間加熱還流する．冷後，希塩酸で中和した後，ジクロロメタン 30 mL で抽出する．抽出液は無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し，ろ過した後，ジクロロメタンを留去する．残留物にメタノール 5 mL を加え，水浴上で加熱して溶かした後，氷水中で急冷する．析出した結晶をろ取し，減圧，60 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 87 ～ 91 ℃ である．

（4）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（244 nm）：390 ～ 410（乾燥後，1 mg，エタノール（99.5），100 mL）．

純度試験

（1）　塩化物〈1.03〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ，硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，穏やかに加熱する．更に時々硝酸 2 ～ 3 mL ずつを追加して液が無色から淡黄色となるまで加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とする．この液を検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにトルエン/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.92 mg $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$

貯 法

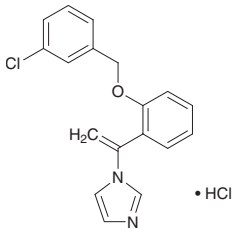
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

クロコナゾール塩酸塩

Croconazole Hydrochloride

塩酸クロコナゾール



$C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl：347.24

1-{1-[2-(3-Chlorobenzyloxy)phenyl]vinyl}-1*H*-imidazole monohydrochloride ［*77174-66-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロコナゾール塩酸塩（$C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100），メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，更にジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜる．水層を分取し，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，希硝酸 2 mL を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 148 ～ 153 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/アンモニア水（28）混液（30：15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸（100）溶液（1 → 100）1 ～ 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青緑色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.72 mg $C_{18}H_{15}ClN_2O$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

クロスカルメロースナトリウム

Croscarmellose Sodium

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は，セルロースの多価カルボキシメチルエーテル架橋物のナトリウム塩である．

◆**性 状** 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水を加えるとき，膨潤し，懸濁液となる．

本品は吸湿性である．◆

確認試験

（1） 本品 1 g にメチレンブルー溶液（1 → 250000）100 mL を加え，よくかき混ぜて放置するとき，青色綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えてよくかき混ぜ，懸濁液とする．この液 1 mL に水 1 mL 及び用時製した 1-ナフトールのメタノール溶液（1 → 25）5 滴を加え，硫酸 2 mL を管壁に沿って静かに加え層積するとき，液の境界面は赤紫色を呈する．

（3） （2）の懸濁液は，ナトリウム塩の定性反応（1）

〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間かき混ぜるとき，上澄液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

◆（2） 塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウム 本品中の塩化ナトリウム及びグリコール酸ナトリウムの量の和は 0.5 % 以下である．

（i） 塩化ナトリウム 本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL 及び過酸化水素（30）5 mL を加え，時々かき混ぜながら水浴上で 20 分間加熱する．冷後，水 100 mL 及び硝酸 10 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.844 mg NaCl

（ii）グリコール酸ナトリウム 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）2 mL 及び水 5 mL を加え，15 分間かき混ぜる．アセトン 50 mL をかき混ぜながら徐々に加えた後，塩化ナトリウム 1 g を加えて 3 分間かき混ぜ，あらかじめ少量のアセトンで湿らせたろ紙を用いてろ過する．残留物をアセトン 30 mL でよく洗い，洗液はろ液に合わせ，更にアセトンを加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にグリコール酸 0.100 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 0.5 mL，1 mL，2 mL，3 mL 及び 4 mL ずつを正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 5 mL とし，更に酢酸（100）5 mL 及びアセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準原液（1），標準原液（2），標準原液（3），標準原液（4）及び標準原液（5）とする．試料原液，標準原液（1），標準原液（2），標準原液（3），標準原液（4）及び標準原液（5）2 mL ずつを正確に量り，それぞれ水浴中で 20 分間加熱し，アセトンを蒸発する．冷後，2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 5 mL を正確に加えて混和した後，更に 2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 15 mL を加えて混和し，容器の口をアルミホイルで覆い，水浴中で 20 分間加熱する．冷後，硫酸を加えて正確に 25 mL とし，混和し，試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．別に，水/酢酸（100）混液（1：1）10 mL にアセトンを加えて正確に 100 mL とし，この液 2 mL を正確に量り，以下試料原液と同様に操作し，空試験液とする．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）につき，空試験液を対照として，紫外可視吸光光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 540 nm における吸光度 A_T，A_{S1}，A_{S2}，A_{S3}，A_{S4} 及び A_{S5} を測定する．標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 100 mL 中のグリコール酸の量 X（g）を求め，次式によりグリコール酸ナトリウムの量を求める．

グリコール酸ナトリウムの量（%）
$= (X / W) \times 100 \times 1.2890$

W：本品の秤取量（g）◆

◆（3） 水可溶物 本品約 10 g を精密に量り，水 800 mL に分散させ，最初の 30 分間は 10 分ごとに 1 分間かき混ぜる．沈降が遅ければ更に 1 時間放置する．この液を吸引ろ過又は遠心分離する．ろ液又は上澄液約 150 mL の質量を精密に量る．この液を乾固しない程度に加熱濃縮し，更に 105 ℃ で 4 時間乾燥し，残留物の質量を精密に量る．次式により水可溶物の量を求めるとき，1.0 ～ 10.0 % である．

水可溶物の量（%）$= 100W_3 (800 + W_1) / W_1W_2$

W_1：本品の秤取量（g）
W_2：ろ液又は上澄液約 150 mL の量（g）
W_3：残留物の量（g）◆

沈降試験 100 mL の共栓メスシリンダーに水 75 mL を入れ，本品 1.5 g を 0.5 g ずつ激しく振り混ぜながら加える．水を加えて 100 mL とし，均一に分散するまでよく振り混ぜた後，4 時間放置するとき，沈下物の容積は 10.0 ～ 30.0 mL である．

置換度 本品約 1 g を精密に量り，500 mL の共栓三角フラスコに入れ，塩化ナトリウム試液 300 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25.0 mL を正確に加え，栓をし，時々振り混ぜながら 5 分間放置する．メタクレゾールパープル試液 5 滴を加え，更にビュレットから 0.1 mol/L 塩酸 15 mL を加え，栓をして振り混ぜる．液が紫色であれば黄色になるまで 0.1 mol/L 塩酸を正確に 1 mL ずつ加え，そのつど振り混ぜる．この液を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の黄色が紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．次式により酸・カルボキシメチル基の置換度 A 及びナトリウム・カルボキシメチル基の置換度 S を求めるとき，$A + S$ は 0.60 ～ 0.85 である．

$A = 1150M / (7102 - 412M - 80C)$
$S = (162 + 58A) C / (7102 - 80C)$

M：乾燥物に換算した本品 1 g の中和に要する水酸化ナトリウムの量（mol）
C：強熱残分で求めた値（%）

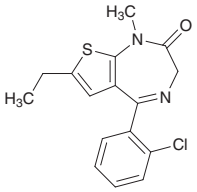
乾燥減量〈*2.41*〉 10.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 14.0 ～ 28.0 %（1 g，乾燥物質換算）．

貯法容器 気密容器．

クロチアゼパム

Clotiazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2OS$：318.82

5-(2-Chlorophenyl)-7-ethyl-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-thieno[2,3-*e*][1,4]diazepin-2-one　[*33671-46-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロチアゼパム（$C_{16}H_{15}ClN_2OS$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），アセトン，酢酸（100）又は酢酸エチルに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，淡黄色の蛍光を発する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.01 g をとり，薄めた過酸化水素（30）（1 → 5）10 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により操作し，検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，メタノール 15 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ここで得た液を試験液とする．試験液 15 mL に，希硝酸 0.5 mL を加えた液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．また，残りの試験液は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　106 ～ 109 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 C 5 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 10 mL とする．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.015 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.25 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.88 mg $C_{16}H_{15}ClN_2OS$

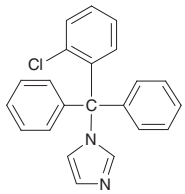
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロトリマゾール

Clotrimazole



$C_{22}H_{17}ClN_2$：344.84

1-[(2-Chlorophenyl)(diphenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*23593-75-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロトリマゾール（$C_{22}H_{17}ClN_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタン又は酢酸（100）に溶けやすく，*N*，*N*-ジメチルホルムアミド，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に 5 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両

者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉 142 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g をジクロロメタン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にメタノール 10 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） イミダゾール　本品 0.10 g をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用イミダゾール 25 mg をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾した後，ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（7） (2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール　本品 0.20 g をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用(2-クロロフェニル)-ジフェニルメタノール 10 mg をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.48 mg $C_{22}H_{17}ClN_2$

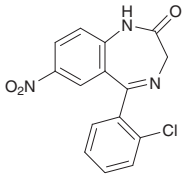
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

クロナゼパム

Clonazepam



$C_{15}H_{10}ClN_3O_3$：315.71

5-(2-Chlorophenyl)-7-nitro-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*1622-61-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロナゼパム（$C_{15}H_{10}ClN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．

比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）.

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（3） 類縁物質 本品 0.25 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン/アセトン混液（10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.57 mg $C_{15}H_{10}ClN_3O_3$

貯 法

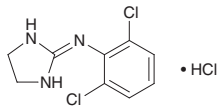
保存条件 遮光して保存する.

容 器 密閉容器.

クロニジン塩酸塩

Clonidine Hydrochloride

塩酸クロニジン



$C_9H_9Cl_2N_3$・HCl：266.55

2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine monohydrochloride ［*4205-91-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロニジン塩酸塩（$C_9H_9Cl_2N_3$・HCl）99.0 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にドラーゲンドルフ試液 6 滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる.

（2） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である.

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.5 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）.

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/1,4-ジオキサン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（10：8：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 1 時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット及び原点のスポット以外のスポットのうち標準溶液（1）から得たスポットより濃いスポットは 3 個以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

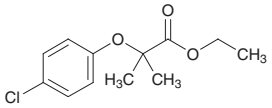
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.66 mg $C_9H_9Cl_2N_3$・HCl

貯 法 容 器 気密容器.

クロフィブラート

Clofibrate



$C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70

Ethyl 2-(4-chlorophenoxy)-2-methylpropanoate

［*637-07-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色の澄明な油状の液で，特異なにおいがあり，味は初め苦く後に甘い．

本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5），ジエチルエーテル又はヘキサンと混和し，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はクロフィブラート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロフィブラート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.500 ～ 1.505

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.137 ～ 1.144

純度試験

（1）　酸　本品 2.0 g を中和エタノール 100 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 5.0 g に硝酸 20 mL 及び硫酸 5 mL を加え，白煙が発するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱し，冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行う．

標準色：本品を用いないで同様に操作して調製した液 5 mL を発生瓶にとり，ヒ素標準液 2.0 mL を加え，以下検液の試験と同様に操作する（2 ppm 以下）．

（4）　4-クロロフェノール　本品 1.0 g をとり，内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別に 4-クロロフェノール 0.010 g をとり，ヘキサン/2-プロパノール混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヘキサン/2-プロパノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対する 4-クロロフェノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　4-エトキシフェノールの移動相溶液（1 → 30000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2-プロパノール/酢酸（100）混液（1970：30：1）

流量：クロフィブラートの保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：クロフィブラート 10.0 g，4-クロロフェノール 6 mg 及び 4-エトキシフェノール 6 mg をヘキサン 1000 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロフィブラート，4-クロロフェノール，4-エトキシフェノールの順に溶出し，クロフィブラートと 4-クロロフェノールの分離度が 5 以上及び 4-クロロフェノールと 4-エトキシフェノールの分離度が 2.0 以上のものを用いる．

水　分〈*2.48*〉　0.2 % 以下（5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて水浴中でしばしば振り混ぜながら 2 時間加熱する．冷後，直ちに過量の水酸化カリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 24.27 mg $C_{12}H_{15}ClO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロフィブラートカプセル

Clofibrate Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応する

クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$：242.70）を含む．

製　法　本品は「クロフィブラート」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　カプセルを切り開き，内容物を取り出し，試料とする．試料のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．また，試料のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 224 ～ 228 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　4-クロロフェノール　本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，よく混和したもの 1.0 g をとり，以下「クロフィブラート」の純度試験（4）を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルをジエチルエーテル少量で洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物のクロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて試料溶液とする．別にクロフィブラート標準品約 0.1 g を精密に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロフィブラートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロフィブラート（$C_{12}H_{15}ClO_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したクロフィブラート標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　イブプロフェンの移動相溶液（1 → 100）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：2）

流量：クロフィブラートの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：クロフィブラート 0.05 g 及びイブプロフェン 0.3 g をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェン，クロフィブラートの順に溶出し，分離度が 6 以上のものを用いる．

貯　法

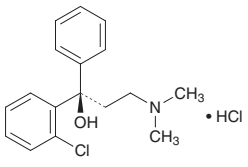
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

クロフェダノール塩酸塩

Clofedanol Hydrochloride

塩酸クロフェダノール



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$：326.26

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-3-dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride ［*511-13-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロフェダノール塩酸塩（$C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 190 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かし．試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロフェダノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロフェダノールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸カリウム 1.34 g を薄めたリン酸（1 → 1000）に溶かし，1000 mL とする．この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える．

流量：クロフェダノールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 0.01 g ずつをメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロフェダノール，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 3 μL から得たクロフェダノールのピーク高さがフルスケールの 20 ～ 50 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロフェダノールの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）15 mL に溶かし，無水酢酸 35 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

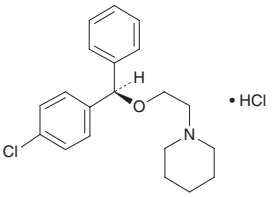
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.63 mg $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

クロペラスチン塩酸塩

Cloperastine Hydrochloride

塩酸クロペラスチン



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$：366.32

1-{2-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethoxy]ethyl}piperidine monohydrochloride ［*14984-68-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロペラスチン塩酸塩（$C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL にアンモニア試液 2 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ジエチルエーテル 20 mL で洗い，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 148 ～ 152 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 40 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロペラスチンに対する保持時間の比が約 0.8 及び約 3.0 のピークの面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積より大きくなく，かつ，保持時間の比が約 2.0 のピークの面積は標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 5/3 より大きくない．また，試料溶液のクロペラスチン及び上記のピーク以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 3/5 よりも大きくない．更に，それらのピークの合計面積は，標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：222 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液/過塩素酸混液（500：250：1）

流量：クロペラスチンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.03 g 及びベンゾフェノン 0.04 g を移動相 100 mL に溶かす．この液 2.0 mL をとり，移動相を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロペラスチン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たクロペラスチンのピーク高さがフルスケールの約 30 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロペラスチンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水

酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.63 mg $C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$

貯　法

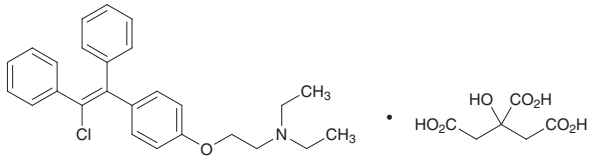
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩

Clomifene Citrate

クエン酸クロミフェン



$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08

2-[4-(2-Chloro-1,2-diphenylvinyl)phenoxy]-*N*,*N*-diethylethylamine monocitrate ［*50-41-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 115 ℃

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 200）2 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロミフェンクエン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 200）はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 0.10 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル層を合わせ，水 20 mL で洗った後，ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 10 g を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ジエチルエーテルを留去する．残留物をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．保持時間 20 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.3 ～ 0.5 である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m の管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：195 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：クロミフェンクエン酸塩の 2 つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2 つのピークの分離度は 1.3 以上である．

システムの再現性：試料溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，$A_b/(A_a+A_b)$ の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 59.81 mg $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロミフェンクエン酸塩錠

Clomifene Citrate Tablets

クエン酸クロミフェン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$：598.08）を含む．

製　法　本品は「クロミフェンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロミフェンクエン酸塩」1 g に対応する量をとり，クロロホルム 100 mL を加えて激しく振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で濃縮し，室温で放置した後，析出する結晶をろ取し，少量のクロロホルムで洗う．この結晶につき，「クロミフェンクエン酸塩」の確認試験（1）及び（3）を準用する．

（2）　（1）の結晶の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）

につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 233 ～ 237 nm 及び 290 ～ 294 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液の一部をとり，遠心分離した後，上澄液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロミフェンクエン酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

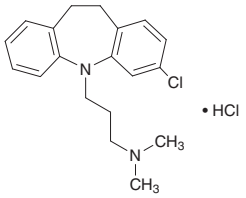
クロミフェンクエン酸塩（$C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：クロミフェンクエン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

クロミプラミン塩酸塩

Clomipramine Hydrochloride
塩酸クロミプラミン



$C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$：351.31
3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5*H*-dibenzo[*b*,*f*]azepin-5-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride
[*17321-77-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロミプラミン塩酸塩（$C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，アセトンに溶けにくく，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg を硝酸 1 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 1 g を分液漏斗にとり，水 10 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する〔水層は確認試験（4）に使用〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，少量の無水硫酸ナトリウムで乾燥し，ろ過する．ろ液は水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

（4） （3）で得た水層に希硝酸を加えて中性とした液は，塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融 点〈2.60〉 192 ～ 196 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸イミプラミン 20 mg を量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/アンモニア水（28）混液（15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.13 mg $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

クロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液

Sodium Chromate（^{51}Cr）Injection

本品は水性の注射剤である．

本品はクロム-51 をクロム酸ナトリウムの形で含む．

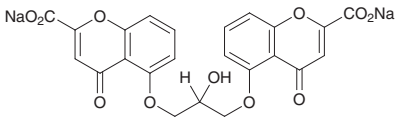
本品は放射性医薬品基準のクロム酸ナトリウム（^{51}Cr）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

クロモグリク酸ナトリウム

Sodium Cromoglicate



$C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$：512.33

Disodium 5,5′-(2-hydroxytrimethylenedioxy)bis(4-oxo-4*H*-1-benzopyran-2-carboxylate)　［*15826-37-6*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，クロモグリク酸ナトリウム（$C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めはないが，後にわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，プロピレングリコールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，2-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光により徐々に黄色を帯びる．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，1 分間煮沸するとき，液は黄色を呈し，冷後，濃ジアゾベンゼンスルホン酸試液 0.5 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品の pH 7.4 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.50 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 6 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液 20 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.25 mL を加えるとき，液の色は青色である．また，試料溶液 20 mL に 0.1 mol/L 塩酸 0.25 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　シュウ酸塩　本品 0.25 g をとり，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にシュウ酸二水和物 0.049 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸鉄試液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とする．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 480 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より小さくない．

（5）　類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/酢酸（100）混液（9：9：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品約 0.18 g を精密に量り，プロピレングリコール 25 mL 及び 2-プロパノール 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，1,4-ジオキサン 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
　= 25.62 mg $C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$

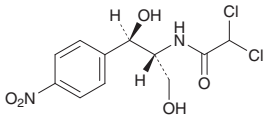
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロラムフェニコール

Chloramphenicol



$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13

2,2-Dichloro-*N*-[(1*R*,2*R*)-1,3-dihydroxy-1-(4-nitrophenyl)propan-2-yl]acetamide　［*56-75-7*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 980 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の定量法で得られた試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋18.5 ～ ＋21.5°（1.25 g，エタノール（99.5），25 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉 150 ～ 155 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（25 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（79：14：7）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットの合計は，2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びクロラムフェニコール標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール 20 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

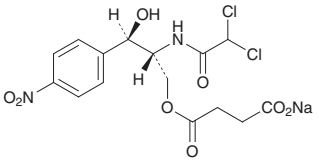
W_S：クロラムフェニコール標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

クロラムフェニコールコハク酸エステルナトリウム

Chloramphenicol Sodium Succinate

コハク酸クロラムフェニコールナトリウム



$C_{15}H_{15}Cl_2N_2NaO_8$：445.18

Monosodium (2*R*,3*R*)-2-(dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl succinate ［*982-57-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 711 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{25}_{D}$：＋5 ～ ＋8°（脱水物に換算したもの 1.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.4 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～帯黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（1.0 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，

水に溶かして正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にクロラムフェニコールコハク酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水約 50 mL を加えて懸濁する．液をかき混ぜながら 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液約 7 mL を徐々に加えて pH 7.0 とする．この液に水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

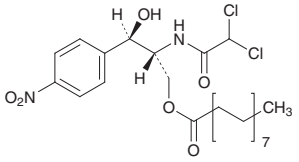
クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：クロラムフェニコールコハク酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　密封容器．

クロラムフェニコールパルミチン酸エステル

Chloramphenicol Palmitate
パルミチン酸クロラムフェニコール



$C_{27}H_{42}Cl_2N_2O_6$：561.54
(2*R*,3*R*)-2-(Dichloroacetyl)amino-3-hydroxy-3-(4-nitrophenyl)propan-1-yl palmitate　［*530-43-8*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 558 ～ 587 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$：323.13）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 33000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品 5 mg ずつをアセトン 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{25}$：+21 ～ +25°（乾燥物に換算したもの 1 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉　91 ～ 96 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，試料溶液及び標準溶液調製後，30 分以内に次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．ただし，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルに対する相対保持時間約 0.5 及び約 5.0 のクロラムフェニコール及びクロラムフェニコールジパルミチン酸エステルのピーク面積はそれぞれ感度係数 0.5 及び 1.4 を乗じて補正する．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 50 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は 5000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60

℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びクロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品約 37 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノール 40 mL 及び酢酸（100）1 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クロラムフェニコール（$C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：クロラムフェニコールパルミチン酸エステル標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸（100）混液（172：27：1）

流量：クロラムフェニコールパルミチン酸エステルの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピークの理論段数は 2400 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロラムフェニコールパルミチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

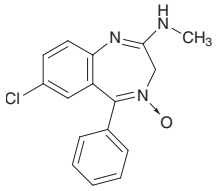
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

クロルジアゼポキシド

Chlordiazepoxide



$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75

7-Chloro-2-methylamino-5-phenyl-3*H*-1,4-benzodiazepin-4-oxide ［*58-25-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルジアゼポキシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルジアゼポキシド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.20 g をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に亜硝酸ナトリウムの 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100）を均等に噴霧し，1 分間放置後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は上澄液の紫色が青紫色を経て青色に変わるとき

とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.98 mg $C_{16}H_{14}ClN_3O$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルジアゼポキシド散

Chlordiazepoxide Powder

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75）を含む．

製　法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 244 ～ 248 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，288 ～ 292 nm に吸収の極小を示す．

（2）　本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.02 g に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物を 60 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1625 cm^{-1}，1465 cm^{-1}，1265 cm^{-1}，850 cm^{-1} 及び 765 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50 mg に対応する量をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品 50 mg をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロロベンゾフェノン 5.0 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 10 mL を正確に加え，本品をよく潤した後，メタノール 90 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水 10 mL 及びメタノール 90 mL を正確に加えて溶かす．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　サリチル酸イソブチルのメタノール溶液（1 → 20）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液混液（7：3）

流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルジアゼポキシド錠

Chlordiazepoxide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$：299.75）を含む．

製　法　本品は「クロルジアゼポキシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」0.01 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 244 ～ 248 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，288 ～ 292 nm に吸収の極小を示す．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシ

ド」0.01 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液 5 mL をとり，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発する．残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1625 cm^{-1}，1465 cm^{-1}，1265 cm^{-1}，850 cm^{-1} 及び 765 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，表示量に従い「クロルジアゼポキシド」50 mg に対応する量をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）5 mL を正確に加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品 50 mg をとり，メタノール/アンモニア試液混液（97：3）に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．更に薄層クロマトグラフィー用 2-アミノ-5-クロルベンゾフェノン 5.0 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液 25 μL 並びに標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．以下「クロルジアゼポキシド」の純度試験（2）を準用する．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 3.7 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルジアゼポキシドをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 12 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 27$$

W_S：定量用クロルジアゼポキシドの秤取量(mg)

C ：1 錠中のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の表示量（mg）

定量法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のクロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）約 0.1 g に対応する個数をとり，水 10 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール 60 mL を加えて更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，次に内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルジアゼポキシド標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 1 mL 及びメタノールを加えて溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノールを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルジアゼポキシド（$C_{16}H_{14}ClN_3O$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$$

W_S：クロルジアゼポキシド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液（1 → 20）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.02 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液混液（7：3）

流量：クロルジアゼポキシドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルジアゼポキシド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

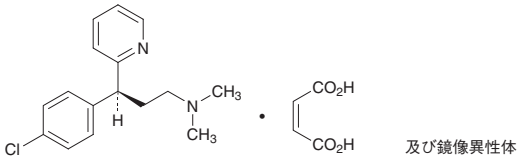
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルジアゼポキシドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩

Chlorpheniramine Maleate

マレイン酸クロルフェニラミン



$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*RS*)-3-(4-Chlorophenyl)-*N*,*N*-dimethyl-3-pyridin-2-ylpropylamine monomaleate ［*113-92-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*-クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色の微細な結晶である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸 56 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/酢酸（100）/水混液（70：20：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットのうち，1 個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，それらの R_f 値は等しい．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

融　点〈2.60〉 130 ～ 135 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の 2/3 より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びクロルフェニラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 8.57 g 及びリン酸 1 mL を水に溶かして 1000 mL とする．この液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルフェニラミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たクロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液のクロルフェニラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.54 mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩散

Chlorpheniramine Maleate Powder

マレイン酸クロルフェニラミン散

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応する *dl*-クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン 40 mL で洗う．次に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層に水 5 mL を加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}，2810 cm^{-1}，

2770 cm^{-1}，1589 cm^{-1}，1491 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1434 cm^{-1}，1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 70 mL を加え，15 分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩錠

Chlorpheniramine Maleate Tablets

マレイン酸クロルフェニラミン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応する *dl*-クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」50 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を分液漏斗に移し，ヘキサン 40 mL で洗う．次に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層に水 5 mL を加え，水洗いする．必要ならば遠心分離し，ヘキサン抽出液に無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を約 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}，2810 cm^{-1}，2770 cm^{-1}，1589 cm^{-1}，1491 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1434 cm^{-1}，1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 10 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．1 mL 中にクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 80 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 250)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 250）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする，クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 70 mL を加え，15 分間振り混ぜる．更に内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，

その約 20 mg を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/5)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 1000）7 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）10 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルフェニラミンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

クロルフェニラミンマレイン酸塩注射液

Chlorpheniramine Maleate Injection

マレイン酸クロルフェニラミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応する *dl*-クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）を含む．

製　法　本品は「クロルフェニラミンマレイン酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：4.5 ～ 7.0

確認試験　本品の表示量に従い「クロルフェニラミンマレイン酸塩」25 mg に対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン層は水 10 mL を加えて洗い，無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて数分間振り混ぜ，ろ過する．ろ液を 50 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により測定するとき，波数 2940 cm^{-1}，2810 cm^{-1}，2770 cm^{-1}，1589 cm^{-1}，1491 cm^{-1}，1470 cm^{-1}，1434 cm^{-1}，1091 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

エンドトキシン〈4.01〉　8.8 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL で洗い，次に 0.25 mol/L 硫酸試液 20 mL，20 mL 及び 5 mL で抽出する．全抽出液を合わせ，0.25 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.25 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/10)$

W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

クロルフェニラミン・カルシウム散

Chlorpheniramine and Calcium Powder

本品は定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）0.27 ～ 0.33 % を含む．

製　法

クロルフェニラミンマレイン酸塩	3 g
リン酸水素カルシウム水和物	800 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性　状　本品は白色である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す（クロルフェニラミンマレイン酸塩）．

（2）　本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品 0.5 g に希硝酸 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過した液はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品 1 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 0.01 g をメタノール 17 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（73：15：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，30 mL の共栓遠心沈殿管に入れ，0.05 mol/L 硫酸 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を分取する．更にこの操作を 2 回行い，全抽出液を合わせ，200 mL の分液漏斗にとり，ジエチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜた後，5 分間放置する．水層を分取し，乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する．ジエチルエーテル層は 0.05 mol/L 硫酸 10 mL ずつで 2 回抽出し，抽出液をろ過し，先の分液漏斗の水層に合わせる．ろ紙は 0.05 mol/L 硫酸 5 mL で洗い，洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる．この液にアンモニア試液 10 mL を加え，ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 20 mL で洗い，次に 0.25 mol/L 硫酸 20 mL ずつで 2 回及び 5 mL で 1 回抽出する．全抽出液を合わせ，0.25 mol/L 硫酸を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸 10 mL に溶かし，更に 0.05 mol/L 硫酸を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を 200 mL の分液漏斗にとり，0.05 mol/L 硫酸 58 mL を加え，更にジエチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.25 mol/L 硫酸を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 265 nm おける吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量(mg)

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 50)$

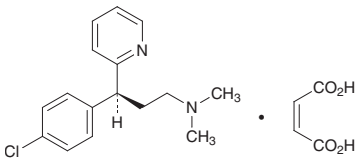
W_S：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

貯　法　容　　器　密閉容器．

d−クロルフェニラミンマレイン酸塩

d−Chlorpheniramine Maleate

d−マレイン酸クロルフェニラミン



$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86

(3*S*)−3−(4−Chlorophenyl)−*N*,*N*−dimethyl−3−pyridin−2−ylpropylamine monomaleate　[*2438−32−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*d*−クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にマレイン酸 56 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/酢酸（100）/水混液（70：20：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から

得た 2 個のスポットのうち，1 個のスポットは標準溶液から得たスポットと同様の濃さであり，その R_f 値は約 0.4 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+39.5 ～ +43.0°（乾燥後，0.5 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融 点〈2.60〉 111 ～ 115 ℃

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及び *d*-クロルフェニラミン以外のピークの面積は，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積の 2/3 より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 8.57 g 及びリン酸 1 mL を水に溶かして 1000 mL とする．この液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から *d*-クロルフェニラミンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得た *d*-クロルフェニラミンのピーク面積が，標準溶液の *d*-クロルフェニラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*-クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，65 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.54 mg $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯 法

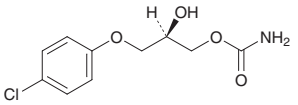
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

クロルフェネシンカルバミン酸エステル

Chlorphenesin Carbamate

カルバミン酸クロルフェネシン



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_4$：245.66

(2*RS*)-3-(4-Chlorophenoxy)-2-hydroxypropyl carbamate

[*886-74-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステル（$C_{10}H_{12}ClNO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール，エタノール（95）又はピリジンに溶けやすく，2-プロパノールにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に溶けにくく，ヘキサンにほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 88 ～ 91 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）20 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質

（i） クロルフェネシン-2-カルバメート 本品 0.10 g を液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積 A_a 及びクロルフェネシン-2-カルバメートのピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.007 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール/酢酸（100）混液（700：300：1）

流量：クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用ヘキサン/2-プロパノール混液（7：3）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のクロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.1 g をメタノール 50 mL に溶かす．この液 25 mL に希水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え，60 ℃ で 20 分間加温する．この液 20 mL に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，酢酸エチル 20 mL を加えてよく振り混ぜ，静置して，酢酸エチル層を分取する．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルフェネシン，クロルフェネシンカルバミン酸エステル，クロルフェネシン-2-カルバメートの順に溶出し，クロルフェネシンカルバミン酸エステルの保持時間に対するクロルフェネシン及びクロルフェネシン-2-カルバメートの保持時間の比は，約 0.7 及び約 1.2 であり，クロルフェネシンとクロルフェネシンカルバミン酸エステルの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルフェネシンカルバミン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（ii） その他の類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（17：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

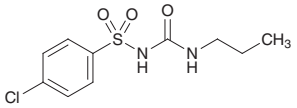
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ピリジン 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を正確に加え，70 ℃ で 40 分間加温する．冷後，エタノール（95）100 mL を加え，過量の水酸化カリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：チモールブルー試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の青色が青緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL
= 24.57 mg $C_{10}H_{12}ClNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

クロルプロパミド

Chlorpropamide



$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74

4-Chloro-*N*-(propylcarbamoyl)benzenesulfonamide

［*94-20-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.08 g をメタノール 50 mL に溶かす．この液 1 mL に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉　127 ～ 131 ℃

純度試験

（1） 酸　本品 3.0 g に水 150 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 塩化物〈1.03〉（1）のろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉（1）のろ液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.60 g をとり，アセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 300 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 4-クロロベンゼンスルホンアミド 60 mg をとり，アセトンに溶かし，正確に 300 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/3-メチル-1-ブタノール/メタノール/アンモニア水（28）混液（15：10：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 1 時間乾燥した後，次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，15 分間風乾する．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 30 mL に溶かし，水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 27.67 mg $C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$

貯 法 容　器　密閉容器．

クロルプロパミド錠

Chlorpropamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$：276.74）を含む．

製　法　本品は「クロルプロパミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロパミド」0.08 g に対応する量をとり，メタノール 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 231 ～ 235 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かした後，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 232 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$$

W_S：定量用クロルプロパミドの秤取量（mg）
C：1 錠中のクロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，移動相 75 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用クロルプロパミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルプロパミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クロルプロパミド（$C_{10}H_{13}ClN_2O_3S$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S)$$

W_S：定量用クロルプロパミドの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（1 → 100）/アセトニトリル混液（1：1）

流量：クロルプロパミドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，クロルプロパミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，1.5 以下である．

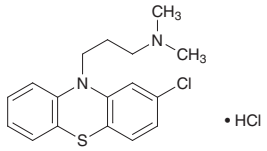
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルプロパミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

クロルプロマジン塩酸塩

Chlorpromazine Hydrochloride

塩酸クロルプロマジン



$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33

3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*-dimethylpropylamine monohydrochloride ［*69-09-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に水 20 mL 及び希塩酸 3 滴を加えて溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，5 時間放置する．沈殿をろ取し，水で洗い，少量のアセトンから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 175 ～ 179 ℃ である．

（3）　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　194 ～ 198 ℃

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は，10 分以内に測定するとき，4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液につき，10 分以内に観察するとき，無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.53 mg $C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩錠

Chlorpromazine Hydrochloride Tablets

塩酸クロルプロマジン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33）を含む．

製　法　本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.2 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 1 mL に水 4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2）（1）のろ液 20 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，以下「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（2）を準用する．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）約 5.6 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に *V′* mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 254 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 %

以上である．

クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (45 / 8)$

W_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量（mg）

C：1 錠中のクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）約 50 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）60 mL を加え，5 分間超音波を照射し，20 分間激しく振り混ぜた後，薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸クロルプロマジンを 105 ℃で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

クロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：定量用塩酸クロルプロマジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの薄めたリン酸（1 → 500)/エタノール（99.5）混液（1：1）溶液（1 → 4500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：256 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2)/アセトニトリル混液（27：13）

流量：クロルプロマジンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，クロルプロマジンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するクロルプロマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルプロマジン塩酸塩注射液

Chlorpromazine Hydrochloride Injection

塩酸クロルプロマジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl：355.33）を含む．

製　法 本品は「クロルプロマジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状 本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：4.0 ～ 6.5

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」5 mg に対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「クロルプロマジン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，「クロルプロマジン塩酸塩」の確認試験（2）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のクロルプロマジン塩酸塩（$C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl）約 0.15 g に対応する容量を正確に量り，水 30 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）10 mL を加え，ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回，20 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，洗液がフェノールフタレイン試液で赤色を呈しなくなるまで水 10 mL ずつで洗う．ジエチルエーテル抽出液を水浴上で濃縮して約 20 mL とし，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて 20 分間放置する．この液を脱脂綿を用いてろ過し，ジエチルエーテルで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを水浴上で留去する．残留物に非水滴定用アセトン 50 mL 及び酢酸（100）5 mL を加えて溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 17.77 mg $C_{17}H_{19}ClN_2S$・HCl

貯　法

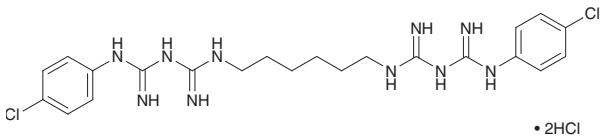
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

クロルヘキシジン塩酸塩

Chlorhexidine Hydrochloride

塩酸クロルヘキシジン



$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl：578.37

1,1′-Hexamethylenebis[5-(4-chlorophenyl)biguanide] dihydrochloride ［*3697-42-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルヘキシジン塩酸塩（$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸にやや溶けやすく，メタノール又は温メタノールに溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にメタノール 5 mL を加え，加温して溶かし，臭素試液 1 mL 及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品 0.3 g を 6 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，氷冷し，かき混ぜながら 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水で洗い，薄めたエタノール（7 → 10）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 134 ℃ である．

（3）　本品 0.1 g を希硝酸 50 mL に溶かした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　4-クロロアニリン　本品 0.10 g をギ酸 2 mL に溶かし，直ちに 1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及び水 20 mL を加え，亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液 4 mL を加え，1 分間放置する．この液に *N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 5 mL を加えて 10 分間放置し，エタノール（95）1 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4-クロロアニリン 20 mg を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2.0 mL にギ酸 2 mL，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及び水 20 mL を加えて，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，130 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 14.46 mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・2HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

クロルヘキシジングルコン酸塩液

Chlorhexidine Gluconate Solution

グルコン酸クロルヘキシジン液

本品はクロルヘキシジンの二グルコン酸塩水溶液である．

本品は定量するとき，クロルヘキシジングルコン酸塩（$C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}$・$2C_6H_{12}O_7$：897.76）19.0 ～ 21.0 w/v% を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の澄明な液で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸（100）と混和する．本品 1 mL はエタノール（99.5）5 mL 以下又はアセトン 3 mL 以下と混和するが，溶媒の量を増加するとき白濁する．

本品は光によって徐々に着色する．

比重　d_{20}^{20}：1.06 ～ 1.07

確認試験

（1）　本品 0.05 mL にメタノール 5 mL を加え，臭素試液 1 mL 及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品 0.5 mL に水 10 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，この沈殿は沸騰するまで加熱するとき，淡紫色を呈する．

（3）　本品 10 mL に水 5 mL を加え，氷冷し，かき混ぜながら水酸化ナトリウム試液 5 mL を徐々に加えるとき，白色の沈殿を生じる．この液をろ過し，残留物を水で洗い，薄めたエタノール（7 → 10）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 134 ℃ である．

（4）（3）のろ液を 5 mol/L 塩酸試液を用いて中和した後，この液 5 mL に酢酸（100）0.65 mL 及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン 1 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ガラス棒で内壁をこするとき，結晶を析出する．結晶をろ取し，熱湯 10 mL に溶かし，活性炭少量を加えてろ過する．冷後，ガラス棒で内壁をこすり，析出する結晶をろ取し，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は約 195 ℃（分解）である．

pH〈*2.54*〉　本品 5.0 mL を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.0 である．

純度試験　4-クロロアニリン　本品 2.0 mL に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水 20

mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置し，次にアミド硫酸アンモニウム試液 4 mL を加え，1 分間放置する．次に *N*,*N*-ジエチル *N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩・アセトン試液 5 mL を加えて 10 分間放置し，エタノール 1 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：4-クロロアニリン 0.020 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL に水 20 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて以下同様に操作する．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（2 g，蒸発後）．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を非水滴定用酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 22.44 mg $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10}\cdot 2C_6H_{12}O_7$

貯 法

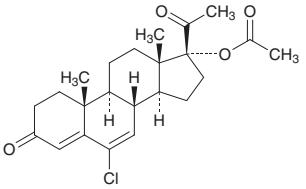
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

クロルマジノン酢酸エステル

Chlormadinone Acetate

酢酸クロルマジノン



$C_{23}H_{29}ClO_4$：404.93

6-Chloro-3,20-dioxopregna-4,6-dien-17-yl acetate

［*302-22-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，クロルマジノン酢酸エステル（$C_{23}H_{29}ClO_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 2 mg をエタノール（95）1 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化カリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間煮沸する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したクロルマジノン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−10.0 ～ −14.0°（乾燥後，0.2 g，アセトニトリル，10 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 211 ～ 215 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）類縁物質 本品 20 mg をアセトニトリル 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のクロルマジノン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：236 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（13：7）

流量：クロルマジノン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からクロルマジノン酢酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のクロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 8 mg 及びパラオキシ安息香酸ブチル 2 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，クロルマジノン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロルマジノン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

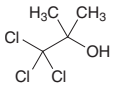
定 量 法 本品及びクロルマジノン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

クロルマジノン酢酸エステル（$C_{23}H_{29}ClO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：クロルマジノン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

クロロブタノール
Chlorobutanol



$C_4H_7Cl_3O$：177.46
1, 1, 1−Trichloro−2−methylpropan−2−ol ［*57−15−8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，クロロブタノール（$C_4H_7Cl_3O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色又は白色の結晶で，カンフルようのにおいがある．
本品はメタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けにくい．
本品は空気中で徐々に揮散する．
融点：約 76 ℃ 以上．

確認試験
（1） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，ヨウ素試液 3 mL を徐々に加えるとき，黄色の沈殿を生じ，ヨードホルムのにおいを発する．
（2） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，アニリン 3 ～ 4 滴を加え，穏やかに加温するとき，フェニルイソシアニド（有毒）の不快なにおいを発する．

純度試験
（1） 酸 本品を粉末とし，その 0.10 g に水 5 mL を加えてよく振り混ぜるとき，液は中性である．
（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を希エタノール 25 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL に希エタノール 25 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.2 g，直接滴定）．
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．
定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り，200 mL の三角フラスコに入れ，エタノール（95）10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する．冷後，希硝酸 40 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を加え，よく振り混ぜ，ニトロベンゼン 3 mL を加え，沈殿が固まるまで激しく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.915 mg $C_4H_7Cl_3O$

貯 法 容 器 気密容器．

軽質無水ケイ酸
Light Anhydrous Silicic Acid

本品は定量するとき，換算した強熱物に対し，二酸化ケイ素（SiO_2：60.08）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯青白色の軽い微細な粉末で，におい及び味はなく，滑らかな触感がある．
本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品はフッ化水素酸，熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化ナトリウム試液に溶け，希塩酸に溶けない．

確認試験
（1） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，塩化アンモニウム試液 12 mL を加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸に溶けない．
（2） （1）の沈殿にメチレンブルー溶液（1 → 10000）10 mL を加え，次に水で洗うとき，沈殿は青色を呈する．
（3） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験
（1）塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸 18 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.01 mol/L 塩酸 0.15 mL に水酸化ナトリウム試液 20 mL，希硝酸 18 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．
（2） 重金属〈1.07〉 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，酢酸（31）15 mL を加えて振り混ぜた後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は水酸化ナトリウム試液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液の赤色が消えるまで酢酸（31）を加えた後，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．
（3） アルミニウム 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 10 mL を量り，

酢酸（31）17 mL を加えて振り混ぜ，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，30 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.176 g を水に溶かし 1000 mL とする．この液 15.5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL，酢酸（31）17 mL，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品 0.040 g に希塩酸 10 mL を加え，水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する．冷後，L-酒石酸 0.5 g を加え，振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後，以下第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（5） カルシウム 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 30 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液の赤色が消えるまで希硝酸を加え，直ちに希酢酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて 100 mL とし，遠心分離又はろ過して澄明な液を得る．この液 25 mL にシュウ酸試液 1 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とし，直ちに振り混ぜた後，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：180 ℃ で 4 時間乾燥した炭酸カルシウム 0.250 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 4 mL に希酢酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，シュウ酸試液 1 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とし，振り混ぜる．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g を磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，煮沸して溶かし，冷後，水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱減量〈*2.43*〉 12.0 % 以下（1 g，850 ～ 900 ℃，恒量）．

容積試験 本品 5.0 g を量り，200 mL のメスシリンダーに徐々に入れて静置するとき，その容積は 70 mL 以上である．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，塩酸 20 mL を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物を更に塩酸で潤して蒸発乾固した後，110 ～ 120 ℃ で 2 時間加熱する．冷後，希塩酸 5 mL を加え，加熱した後，室温に放冷し，熱湯 20 ～ 25 mL を加えて速やかにろ過し，洗液が塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈しなくなるまで温湯で洗い，残留物をろ紙とともに白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に 30 分間強熱し，冷後，質量を量り a（g）とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固した後，5 分間強熱し，冷後，質量を量り b（g）とする．

二酸化ケイ素（SiO_2）の量（g）＝ $a - b$

貯 法 容 器 気密容器．

合成ケイ酸アルミニウム
Synthetic Aluminum Silicate

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL を加えて加熱するとき，わずかに不溶分を残して溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1） 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 5.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉（2）の上澄液 2.0 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 3.0 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g に希塩酸 10 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 20.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

制 酸 力〈*6.04*〉 本品約 1 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 200 mL を正確に加え，密栓し 37 ±2 ℃ で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 50 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまでよくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 50.0 mL 以上である．

貯 法 容 器 密閉容器．

天然ケイ酸アルミニウム
Natural Aluminum Silicate

性　状　本品は白色又はわずかに着色した粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL を加えて加熱するとき，一部分は分解して溶けるが，大部分は不溶である．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて弱酸性とした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球を作り，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1）　液性　本品 5.0 g に水 100 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 5.0 g に水 100 mL を加え，15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，遠心分離する．上澄液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉（6）の残留物に希塩酸 3 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱した後，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 2.0 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

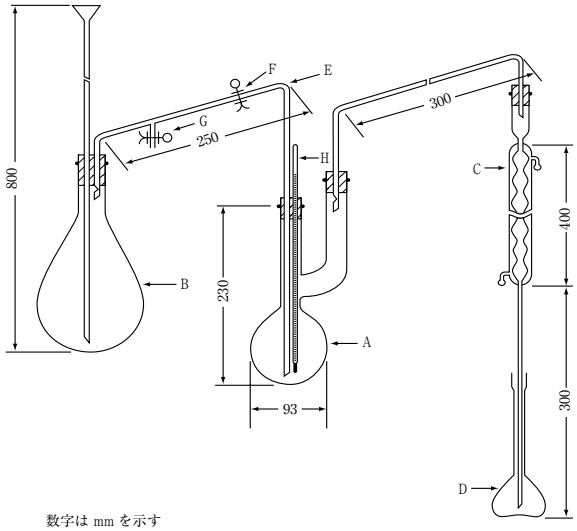
（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.5 g に水 50 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに析出したとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6）　可溶性塩　（1）の上澄液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 700 ℃ で 2 時間強熱するとき，その量は 40 mg 以下である．

（7）　フッ化物

（i）　装置　図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



数字は mm を示す

A：容量約 300 mL の蒸留フラスコ
B：容量約 100 mL の水蒸気発生器
　突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器　容量 200 mL のメスフラスコ
E：内径約 8 mm の水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ii）　操作法　本品 5.0 g をとり，水 20 mL を用いて蒸留フラスコ A に洗い込み，ガラスウール約 1 g 及び薄めた精製硫酸（1 → 2）50 mL を加える．A をあらかじめ水蒸気導入管 E に水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器 D には，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器 C の下端をこの液に浸す．A を徐々に加熱して液の温度が 130 ℃ になったとき，ゴム管 F を開いてゴム管 G を閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器 B から水蒸気を通じる．同時に A 中の液の温度を 135 ～ 145 ℃ に保つように A を加熱する．蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする．留液が約 170 mL になったとき，蒸留を止め，C を少量の水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に 200 mL とし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．

試験液中のフッ素（F：19.00）の量（mg）
　= 標準液 5 mL 中のフッ素の量（mg）× (A_T / A_S)
　　× $(200 / V)$

フッ素（F）の量は 0.01 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　20.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

吸 着 力　本品 0.10 g にメチレンブルー溶液（3 → 2000）20 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，更に 37 ± 2 ℃ で 5 時間放置した後，遠心分離する．上澄液 1.0 mL に水を加えて 200 mL とし，その 50 mL をネスラー管に入れ，白色の背景を用いて側方又は上方から観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：メチレンブルー溶液（3 → 2000）1.0 mL に水

を加えて 400 mL とし，この液 50 mL を用いる．

貯 法 容 器 密閉容器．

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

本品は定量するとき，二酸化ケイ素（SiO_2：60.08）45.0 % 以上及び酸化マグネシウム（MgO：40.30）20.0 % 以上を含み，二酸化ケイ素と酸化マグネシウムとのパーセント（%）の比は 2.2 ～ 2.5 である．

性 状 本品は白色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球をつくり，これに本品を付け，再び融解するとき，球中に不溶融の塊を認め，その融解球は冷えると不透明となり，網目状の模様を生じる．

純度試験

（1） 可溶性塩 本品 10.0 g に水 150 mL を加え，水浴上で 60 分間振り混ぜ，冷後，水を加えて 150 mL とし，遠心分離して得た澄明な液 75 mL をとり，これに水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 25 mL を水浴上で蒸発乾固し，更に 700 ℃ で 2 時間強熱するとき，その量は 0.02 g 以下である．

（2） アルカリ （1）の試料溶液 20 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 1.0 mL を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 （1）の試料溶液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.75 mL を加える（0.053 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）の残留物に希塩酸 3 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱した後，水 30 mL を加えてろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．この液 4 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え，2 分間煮沸した後，ろ過し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉 34 % 以下（0.5 g，850 ℃，3 時間）．

制 酸 力〈*6.04*〉 本品約 0.2 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，正確に 0.1 mol/L 塩酸 30 mL 及び水 20 mL を加え，37±2 ℃ で 1 時間振り混ぜ，冷後，上澄液 25 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．

本品の強熱減量における残留物に換算するとき，その 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 140 ～ 160 mL である．

定 量 法

（1） 二酸化ケイ素 本品約 0.7 g を精密に量り，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 25 mL を加え，水浴上で時々かき混ぜながら，15 分間加熱する．上澄液を定量分析用ろ紙を用いてろ過し，残留物に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜ，上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する．更に残留物は同様に熱湯 25 mL ずつで 2 回洗った後，残留物をろ紙上に移し，洗液が硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しなくなるまで熱湯で洗い，残留物をろ紙とともに白金るつぼに入れ，強熱して灰化し，更に 775 ～ 825 ℃ で 30 分間強熱し，冷後質量を量り，a（g）とする．次に残留物を水で潤し，フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え，蒸発乾固した後，5 分間強熱し，冷後質量を量り，b（g）とする．

二酸化ケイ素（SiO_2）の含量（%）$= \{(a - b) / W\} \times 100$

W：本品の秤取量（g）

（2） 酸化マグネシウム 本品約 0.3 g を 50 mL の三角フラスコに精密に量り，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え，水浴上で 15 分間加熱する．冷後，100 mL のメスフラスコに移し，三角フラスコは水で洗い，洗液及び水を加えて 100 mL とする．この液をろ過し，ろ液 50 mL を正確に量り，水 50 mL 及び薄めた 2,2′,2″−ニトリロトリエタノール（1 → 2）5 mL を加えてよく振り混ぜる．これにアンモニア試液 2.0 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015 mg MgO

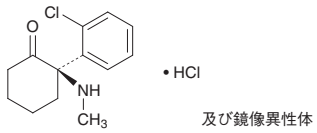
（3） 二酸化ケイ素（SiO_2）と酸化マグネシウム（MgO）とのパーセント（%）の比 定量法（1）及び（2）の数値から求める．

貯 法 容 器 密閉容器．

ケタミン塩酸塩

Ketamine Hydrochloride

塩酸ケタミン



$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$：274.19

(2*RS*)−2−(2−Chlorophenyl)−2−(methylamino)cyclohexanone monohydrochloride ［*1867−66−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケタミン塩酸塩（$C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

融点：約 258 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 3000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（269 nm）：22.0 ～ 24.5（乾燥後，30 mg，0.1 mol/L 塩酸試液，100 mL）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/イソプロピルアミン混液（49：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，乾燥した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 1 mL に溶かした後，無水酢酸/酢酸（100）混液（6：1）70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

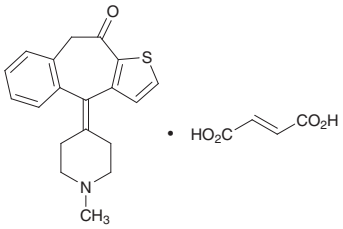
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.42 mg $C_{13}H_{16}ClNO \cdot HCl$

貯　法　容　器　気密容器．

ケトチフェンフマル酸塩

Ketotifen Fumarate

フマル酸ケトチフェン



$C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$：425.50

4−(1−Methylpiperidin−4−ylidene)−4*H*−benzo[4,5]cyclohepta[1,2−*b*]thiophen−10(9*H*)−one monofumarate ［*34580−14−8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトチフェンフマル酸塩（$C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けにくく，水，エタノール（99.5）又は無水酢酸に溶けにくい．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.6 g をるつぼにとり，炭酸ナトリウム試液 2.5 mL に溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸（3 → 10）を加えて中性とし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 2.5 mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸（3 → 10），希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.015 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をアンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 25 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，アンモニア試液のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/アンモニア水（28）混液（90：10：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 4 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

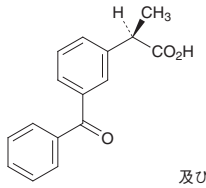
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.55 mg $C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ケトプロフェン

Ketoprofen



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

(2*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid ［*22071-15-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケトプロフェン（$C_{16}H_{14}O_3$）99.0 ～ 100.5 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

本品は光によって微黄色になる．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 94 ～ 97 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL の混液に薄めた希塩酸（1 → 10）を加えて 10 mL とした液 5.0 mL をとり，薄めた希塩酸（1 → 10）を加えて 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本操作はできるだけ光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たケトプロフェンに対する相対保持時間約 1.5 及び相対保持時間約 0.3 のピーク面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の 4.5 倍及び 2 倍より大きくない．また，試料溶液から得たケトプロフェン，相対保持時間約 1.5 及び相対保持時間約 0.3 以外のピークの面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積より大きくなく，それらの合計面積は，標準溶液から得たケトプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：233 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 68.0 g を水に溶かし 1000 mL とした液にリン酸を加え，pH 3.5 に調整する．この液 20 mL にアセトニトリル 430 mL 及び水 550 mL を加える．

流量：ケトプロフェンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：ケトプロフェンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得

たケトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のケトプロフェンのピーク面積の 9 ～ 11 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を操作するとき，ケトプロフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ケトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール (95) 25 mL に溶かし，水 25 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL = 25.43 mg $C_{16}H_{14}O_3$

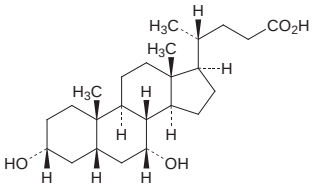
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ケノデオキシコール酸

Chenodeoxycholic Acid



$C_{24}H_{40}O_4$：392.57

3α,7α−Dihydroxy−5β−cholan−24−oic acid

［*474−25−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ケノデオキシコール酸（$C_{24}H_{40}O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶，結晶性の粉末又は粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋11.0 ～ ＋13.0°（乾燥後，0.4 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 164 ～ 169 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.36 g をメタノール 30 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にメタノール 30 mL，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.1 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） バリウム 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸する．この液に塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL になるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リトコール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別にウルソデオキシコール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．別に薄層クロマトグラフィー用コール酸 10 mg をアセトン/水混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（3）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 0.5 mL，1 mL，2 mL，3 mL 及び 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにアセトン/水混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），及び標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 4−メチル−2−ペンタノン/トルエン/ギ酸混液（16：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 120 ℃ で 30 分間乾燥する．直ちに，これにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧した後，120 ℃ で 2 ～ 3 分間加熱するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くない．標準溶液（3）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（3）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液 A，標準溶液 B，標準溶液 C，標準溶液 D 及び標準溶液 E から得たスポットと比較するとき，標準溶液 E から得たスポットより濃くなく，その総量は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL 及び水 20 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

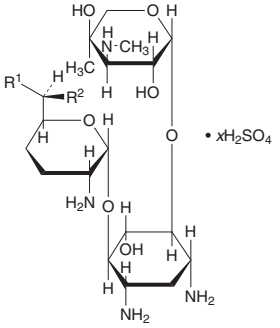
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 39.26 mg $C_{24}H_{40}O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ゲンタマイシン硫酸塩

Gentamicin Sulfate

硫酸ゲンタマイシン



ゲンタマイシン C_1 硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NHCH_3$

ゲンタマイシン C_2 硫酸塩　：　$R^1 = CH_3$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシン C_{1a} 硫酸塩：　$R^1 = H$　$R^2 = NH_2$

ゲンタマイシン C_1 硫酸塩　(6*R*)-2-Amino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methylamino-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシン C_2 硫酸塩　(6*R*)-2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-6-methyl-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

ゲンタマイシン C_{1a} 硫酸塩　2,6-Diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)-[3-deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*1405-41-0*，ゲンタマイシン硫酸塩]

本品は，*Micromonospora purpurea* 又は *Micromonospora echinospora* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 590 ～ 775 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 50 mg を水 1 mL に溶かし，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 500）2 滴を加える．この液を硫酸 1 mL の上に静かに層積するとき，境界面は青紫色を呈する．

（2）　本品及びゲンタマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た 3 個の主スポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットの色調及び R_f 値と等しい．

（3）　本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：+107 ～ +121°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

成分含量比　本品 50 mg を水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，薄層板をガラス板で覆い，デンシトメーター（測定波長 450 nm）を用いてゲンタマイシン C_1（R_f 値約 0.3）の吸光度の積分値 A_a ゲンタマイシン C_2（R_f 値約 0.2）の吸光度の積分値 A_b 及びゲンタマイシン C_{1a}（R_f 値約 0.1）の吸光度の積分値 A_c を測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，ゲンタマイシン C_1 は 25 ～ 55 %，ゲンタマイシン C_2 は 25 ～ 50 %，及びゲンタマイシン C_{1a} は 5 ～ 30 % である．

ゲンタマイシン C_1 の量(%)

$$= \{A_a / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

ゲンタマイシン C_2 の量(%)

$$= \{1.35A_b / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

ゲンタマイシン C_{1a} の量(%)

$$= \{A_c / (A_a + 1.35A_b + A_c)\} \times 100$$

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別にクロロホルム/アンモニア水（28）/メタノール混液（2：1：1）を分液

漏斗に入れてよく振り混ぜた後，室温で 1 時間以上放置する．この液の下層 20 mL をとり，メタノール 0.5 mL を加えて展開溶媒とし，約 20 mm^2 の穴があいている展開用容器のふたを用い，容器内にはろ紙を入れずに約 17 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置する．呈色後，ガラス板で薄層板を覆い，スポットを比較するとき，試料溶液から得たゲンタマイシン C_1（R_f 値約 0.3），ゲンタマイシン C_2（R_f 値約 0.2）及びゲンタマイシン C_{1a}（R_f 値約 0.1）のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たゲンタマイシン C_2 のスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 18.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228 を用いる．

（ii） 基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地 ブドウ糖 1.0 g，ペプトン 6.0 g，肉エキス 1.5 g，酵母エキス 3.0 g，塩化ナトリウム 10.0 g，カンテン 15.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 試験菌移植用カンテン培地 培地（2）の 2）の ii を用いる．

（iv） 標準溶液 ゲンタマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 15 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

硬化油
Hydrogenated Oil

本品は魚油又は他の動物性若しくは植物性の脂肪油に水素を添加して得た脂肪である．

性 状 本品は白色の塊又は粉末で，特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．ただし，ヒマシ油に水素を添加して得たものはジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

酸 価〈*1.13*〉 2.0 以下．

純度試験

（1） 水分及び着色度 本品 5.0 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2） アルカリ 本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物 本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

（4） 重金属 本品 2.0 g に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液 5 mL にアンモニア試液を加えてわずかにアルカリ性とし，硫化ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は変化しない．

（5） ニッケル 本品 5.0 g を石英又は磁製のるつぼに量り，初めは注意して弱く加熱し，炭化した後，強熱して灰化する（500 ± 20 ℃）．冷後，塩酸 1 mL を加え水浴上で蒸発乾固し，残留物を希塩酸 3 mL に溶かした後，水 7 mL を加える．次に臭素試液 1 mL 及びクエン酸一水和物溶液（1 → 5）1 mL を加えた後，アンモニア試液 5 mL を加えてアルカリ性とし，流水中で冷却する．この液にジメチルグリオキシム試液 1 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とし検液とする．検液を 5 分間放置するとき，その液の呈する色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩酸 1 mL を水浴上で蒸発乾固した後，ニッケル標準液 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加え，更に水 6 mL を加える．以下検液の調製法と同様に操作し，水を加えて 20 mL とした後，5 分間放置する．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（5 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

乾燥甲状腺
Dried Thyroid

本品は食用獣の新鮮な甲状腺をとり，結締組織及び脂肪を除き，すりつぶし，50 ℃ 以下で速やかに乾燥した後，粉末としたもの，又はこれに適当な賦形剤を加えたものである．

本品は定量するとき，甲状腺に特異な有機性化合体としてのヨウ素（I：126.90）0.30 ～ 0.35 % を含む．

性 状 本品は淡黄色～灰褐色の粉末で，わずかに特異な肉臭がある．

確認試験 本品を薄めたホルムアルデヒド液（1 → 10）で固定し，ヘマトキシリン試液で 10 ～ 30 分間染色し，水で洗った後，塩酸 1 mL 及び薄めたエタノール（7 → 10）99 mL の混液中で 5 ～ 10 秒間弁色し，再び約 1 時間水で洗

う．更にエオシン Y 溶液（1 → 100）で 1 ～ 5 分間染色し，水で洗った後，薄めたエタノール（7 → 10）で 5 ～ 10 秒間，薄めたエタノール（4 → 5）で 5 ～ 10 秒間，薄めたエタノール（9 → 10）で 1 ～ 2 分間，エタノール（95）で 1 ～ 5 分間更にエタノール（99.5）で 1 ～ 5 分間の順に脱水弁色する．キシレンで透徹し，バルサムで封じて鏡検するとき，甲状腺に特異なろ胞を構成する上皮細胞の核を認める．

純度試験

（1） 無機ヨウ化物　本品 1.0 g に硫酸亜鉛飽和溶液 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 5 mL によく振り混ぜながらデンプン試液 0.5 mL，亜硝酸ナトリウム試液 4 滴及び希硫酸 4 滴を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 脂肪　本品 1.0 g をソックスレー抽出器を用い，ジエチルエーテルで 2 時間抽出する．ジエチルエーテル抽出液からジエチルエーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 30 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，105 ℃，恒量）．

灰　分〈*5.01*〉 5.0 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，るつぼに入れ，炭酸カリウム 7 g を加えてよく混ぜ，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム 10 g を加え，再びたたいて密にする．これを 600 ～ 700 ℃ に加熱したマッフル炉中に入れ，その温度で 25 分間強熱し，冷後，水 20 mL を加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水 20 mL を加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が 200 mL となるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液 7 mL 及び薄めたリン酸（1 → 2）40 mL を徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に 5 分間煮沸を続ける．煮沸時にはしばしば水を補い，液が少なくとも 200 mL に保つようにする．冷後，フェノール溶液（1 → 20）5 mL を加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5 分間放置した後，これに薄めたリン酸（1 → 2）2 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，直ちに遊離したヨウ素を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 0.2115 mg I

貯 法 容　器　気密容器．

乾燥酵母
Dried Yeast

本品は *Saccharomyces* に属する酵母の菌体を乾燥して粉末としたものである．

本品は定量するとき，その 1 g 中にたん白質 400 mg 以上及びチアミン〔チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）として〕100 μg 以上を含む．

性　状　本品は淡黄白色～褐色の粉末で，特異なにおい及び味がある．

確認試験　本品は鏡検〈*5.01*〉するとき，長径約 6 ～ 12 μm の円形又は卵形の単細胞からなる．

純度試験

（1） 変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

（2） でんぷん　本品にヨウ素試液を加え，これを鏡検〈*5.01*〉するとき，黒紫色に染まる粒子を認めないか，又は認めてもわずかである．

乾燥減量〈*2.41*〉 8.0 % 以下（1 g，100 ℃，8 時間）．

灰　分〈*5.01*〉 9.0 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） たん白質　本品約 50 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

本品 1 g 中のたん白質の量（mg）＝ $N \times 6.25 \times (1 / W)$

N：窒素（N）の量（mg）
W：本品の秤取量（g）

（2） チアミン　本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 1 mL 及び水 80 mL を加え，80 ～ 85 ℃ の水浴中でしばしば振り混ぜながら 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，10 分間遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL 及び酵素試液 1 mL を正確に加え，45 ～ 50 ℃ で 3 時間放置する．この液 2 mL を正確に量り，カラム（40 ～ 110 μm の弱酸性 CM-架橋セルロース陽イオン交換体（H 型）2.5 mL を内径約 1 cm，高さ約 17 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，1 分間に約 0.5 mL の速度で流出する．次に少量の水でクロマトグラフィー管の内壁を洗い，更に水 10 mL で 1 分間に約 1 mL の速度でカラムを洗う．この操作を 2 回繰り返す．次に薄めたリン酸（1 → 50）2.5 mL ずつを用いて 1 分間に約 0.5 mL の速度で 2 回溶出し，溶出液を集める．溶出液に内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.01 g を加えて溶かし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，更に移動相 3 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 200 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

本品 1 g 中のチアミンの量（μg）
＝ $(W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 12.5$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　フェナセチン 0.01 g をアセトニトリルに溶かし，100 mL とする．この液 1 mL に薄めたアセトニトリル（1 → 5）を加えて 100 mL とする．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.7 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.5 に調整する．この液 800 mL に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.6 g を溶かし，アセトニトリル 200 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

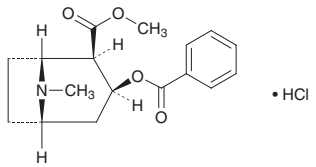
カラムの選定：標準溶液 200 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．

貯　法　容　　器　気密容器．

コカイン塩酸塩

Cocaine Hydrochloride

塩酸コカイン



$C_{17}H_{21}NO_4$・HCl：339.81

(1*R*,2*R*,3*S*,5*S*)-2-Methoxycarbonyl-8-methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl benzoate monohydrochloride

[*53-21-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，コカイン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_4$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.25*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－70 ～ －73°（乾燥後，0.5 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　酸　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴を加え，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は 1.0 mL 以下である．

（2）　シンナミルコカイン　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，薄めた硫酸（1 → 20）0.3 mL 及び 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（3）　イソアトロピルコカイン　本品 0.10 g をビーカーにとり，水 30 mL に溶かし，この液 5 mL を試験管に分取し，先のビーカーには水 30 mL を追加し，試験管にはアンモニア試液 1 滴を加えて振り混ぜ，沈殿が凝結したとき，水 10 mL を加えて先のビーカーに入れ，試験管を水 10 mL で洗い，洗液はビーカーに合わせ，アンモニア試液 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜるとき，結晶性の沈殿を生じ，次に 1 時間放置するとき，上層液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 33.98 mg $C_{17}H_{21}NO_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

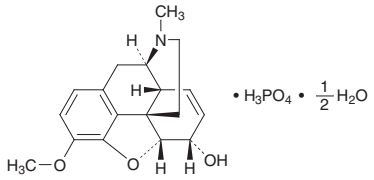
容　　器　気密容器．

コデインリン酸塩水和物

Codeine Phosphate Hydrate

コデインリン酸塩

リン酸コデイン



$C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4・$\frac{1}{2}H_2O$：406.37

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-6-ol monophosphate hemihydrate

[*41444-62-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，コデインリン酸塩（$C_{18}H_{21}NO_3$・H_3PO_4：397.36）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はリン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－98 ～ －102°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（4：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 1.5 ～ 3.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.74 mg $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

コデインリン酸塩散 1%

1% Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散 1%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$：406.37）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製 法

コデインリン酸塩水和物	10 g
乳糖水和物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品約 5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器.

コデインリン酸塩散 10%

10%　Codeine Phosphate Powder

リン酸コデイン散 10%

本品は定量するとき，コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$：406.37）9.3 ～ 10.7 % を含む.

製　法

コデインリン酸塩水和物	100 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する.

確認試験　本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す.

定 量 法　本品約 2.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する.

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である.

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法　容　　器　気密容器.

コデインリン酸塩錠

Codeine Phosphate Tablets

リン酸コデイン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するコデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$：406.37）を含む.

製　法　本品は「コデインリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「コデインリン酸塩水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す.

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，薄めた希硫酸（1 → 20）20 mL を加えて，10 分間超音波を照射し，水を加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，ろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸コデイン（別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

コデインリン酸塩水和物（$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2 \times 1.0227$

W_S：脱水物に換算した定量用リン酸コデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する.

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ゴナドレリン酢酸塩

Gonadorelin Acetate

酢酸ゴナドレリン

$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$：1302.39

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-tryptophyl-L-seryl-L-tyrosyl-glycyl-L-leucyl-L-arginyl-L-prolyl-glycinamide diacetate ［34973-08-5］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，酢酸ゴナドレリン（$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$・$2C_2H_4O_2$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゴナドレリン酢酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 20 mg をエタノール（99.5）0.5 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−53.0 ～ −57.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，薄めた酢酸（100）（1 → 100），10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 5.8 である．

構成アミノ酸 本品 10 mg を加水分解用試験管にとり，塩酸 0.5 mL 及びメルカプト酢酸溶液（2 → 25）0.5 mL を加えて溶かし，試験管の上部を融封し，110 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，開封し，加水分解液をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固する．残留物に 0.02 mol/L 塩酸試液 100 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に 105 ℃ で 3 時間乾燥した L-セリン 0.105 g，L-グルタミン酸 0.147 g，L-プロリン 0.115 g，グリシン 75 mg，L-ロイシン 0.131 g，L-チロジン 0.181 g，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.210 g，L-トリプトファン 0.204 g 及び塩酸 L-アルギニン 0.211 g を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液から得たクロマトグラムには構成する 9 種のアミノ酸のピークを認める．また，それぞれの構成するアミノ酸のアルギニンに対するモル比を求めるとき，セリン及びトリプトファンは 0.7 ～ 1.0，プロリンは 0.8 ～ 1.2，グルタミン酸，ロイシン，チロジン及びヒスチジンは 0.9 ～ 1.1 並びにグリシンは 1.8 ～ 2.2 である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：440 nm（プロリン）及び 570 nm（プロリン以外のアミノ酸））

カラム：内径 4 mm，長さ 8 cm のステンレス管に 5 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：57 ℃ 付近の一定温度

化学反応槽温度：130 ℃ 付近の一定温度

移動相：移動相 A，移動相 B，移動相 C 及び移動相 D を次の表に従って調製する．

	移動相の組成			
	A	B	C	D
クエン酸三ナトリウム二水和物	6.19 g	7.74 g	26.67 g	−
水酸化ナトリウム	−	−	−	8.00 g
塩化ナトリウム	5.66 g	7.07 g	54.35 g	−
クエン酸一水和物	19.80 g	22.00 g	6.10 g	−
エタノール（99.5）	130 mL	20 mL	−	100 mL
ベンジルアルコール	−	−	5 mL	−
チオジグリコール	5 mL	5 mL	−	−
ラウロマクロゴールのジエチルエーテル溶液（1 → 4）	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量	適量
全 量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相の送液：移動相 A，移動相 B，移動相 C 及び移動相 D の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）	移動相 D（vol%）
0 ～ 9	100	0	0	0
9 ～ 25	0	100	0	0
25 ～ 61	0	100 → 0	0 → 100	0
61 ～ 76	0	0	100	0
76 ～ 96	0	0	0	100

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 204 g を水 336 mL に溶かした後，酢酸（100）123 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 401 mL を加えて，A 液とする．別に，ニンヒドリン 39 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 81 mg を 1-メトキシ-2-プロパノール 979 mL に溶かし，B 液とする．A 液及び B 液を等量ずつ用時混和する．

移動相流量：毎分 0.25 mL

反応試薬流量：毎分 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，ロイシン，チロジン，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，それぞれのピークが分離するものを用いる．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 350 nm における吸光度は 0.10 以下である．

（2） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 A 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゴナドレリン以外のピークの面積は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のゴナドレリン以外のピーク面積の合計は，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゴナドレリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たゴナドレリンのピーク面積が，標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 1 ～ 3 % になることを確認する．

システムの性能：本品 4 mg を移動相に溶かし，フェナセチンのアセトニトリル溶液（1 → 1000）5 mL を加えた後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，フェナセチンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ゴナドレリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分〈2.48〉 8.0 % 以下（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びゴナドレリン酢酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを薄めた酢酸（100）（1 → 1000）に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ゴナドレリン酢酸塩（$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}\cdot 2C_2H_4O_2$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したゴナドレリン酢酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フェナセチンの水/アセトニトリル混液（3：2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（90：17）

流量：ゴナドレリンの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ゴナドレリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ゴマ油

Sesame Oil

OLEUM SESAMI

本品はゴマ *Sesamum indicum* Linné（*Pedaliaceae*）の種子から得た脂肪油である．

性　状　本品は微黄色澄明の油で，においはないか又はわずか

に特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

本品は 0 ～ −5 ℃ で凝固する．

脂肪酸の凝固点：20 ～ 25 ℃

確認試験 本品 1 mL に白糖 0.1 g 及び塩酸 10 mL を加え，30 秒間振り混ぜるとき，酸層は淡赤色となり，放置するとき，赤色に変わる．

比　重〈*1.13*〉 d^{25}_{25}：0.914 ～ 0.921

酸　価〈*1.13*〉 0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉 187 ～ 194

不けん化物〈*1.13*〉 2.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 103 ～ 118

貯　法　容　器 気密容器．

コムギデンプン

Wheat Starch

AMYLUM TRITICI

小麦澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はコムギ *Triticum aestivum* Linné（*Gramineae*）の種子から得たでんぷんである．

◆**性　状** 本品は白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，大小の粒，非常にまれに中程度の大きさの粒を認める．通例，直径 10 ～ 60 μm の大きな粒の上面は円盤状，極めてまれに腎臓形であり，中心性のへそ及び層紋は明らかでないかほとんど明らかでなく，しばしば粒のへりに裂け目を認める．側面は長円形又は紡錘形であり，へそは長軸方向に沿った裂け目として観察される．直径 2 ～ 10 μm の小さな粒は円形又は多面形である．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） （2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 → 10）0.05 mL を加えるとき，暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し，15 分間放置した液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

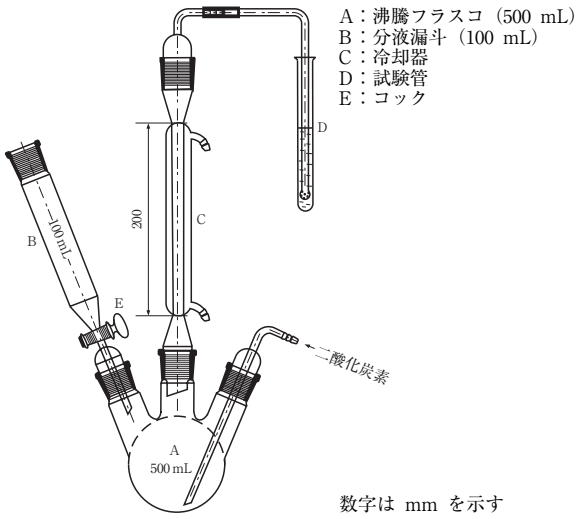
純度試験

（1） 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2） 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間放置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置 図に示すものを用いる．



（ii） 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，

補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

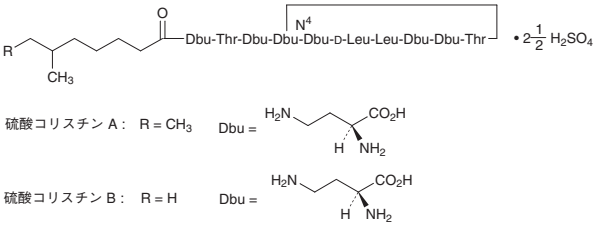
二酸化イオウの量（ppm）＝（V/W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.6 % 以下（1 g）．
◆**貯 法 容 器** 密閉容器．◆

コリスチン硫酸塩

Colistin Sulfate
硫酸コリスチン



硫酸コリスチン A $C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}\cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1414.66

硫酸コリスチン B $C_{52}H_{98}N_{16}O_{13}\cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：1400.63

［*1264-72-8*］

本品は，*Bacillus polymyxa* var. *colistinus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 16000 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチン A（$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46）としての量を単位で示し，その 1 単位はコリスチン A（$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$）0.04 μg に対応する．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 20 mg を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）試液 5 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 50 mg を薄めた塩酸（1 → 2）10 mL に溶かし，この液 1 mL を加水分解用試験管に密封し，135 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，開封し，塩酸臭がなくなるまで蒸発乾固し，残留物を水 0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-ロイシン，L-トレオニン，フェニルアラニン及び L-セリン 20 mg ずつを量り，それぞれを水に溶かして 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/酢酸（100）/水/ピリジン/エタノール（99.5）混液（60：15：10：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 10 分間乾燥する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットの数は 3 個で，試料溶液から得た 2 個の主スポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値と等しく，試料溶液から得た上記の主スポット以外の主スポットの R_f 値は 0.1 である．また，試料溶液から得たスポットには標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットに対応するスポットを認めない．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－63 ～ －73°（乾燥後，1.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 硫酸 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，アンモニア水（28）を加えて pH 11 に調整した後，水を加えて 100 mL とする．この液に 0.1 mol/L 塩化バリウム液 10 mL を正確に加え，更にエタノール（99.5）50 mL を加えて 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，硫酸（SO_4）の量は 16.0 ～ 18.0 % である（指示薬：フタレインパープル 0.5 mg）．ただし，滴定の終点は，液の青紫色が無色に変わるときとする．

0.1 mol/L 塩化バリウム液 1 mL ＝ 9.606 mg SO_4

（2） 類縁物質 本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ピリジン/1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（6：5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で約 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．
強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ii） 培地 ペプトン 10.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，肉エキス 3.0 g 及びカンテン 15.0 g を水 1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて滅菌後の pH が 6.5 ～ 6.6 となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

（iii） 標準溶液 コリスチン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 1000000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸

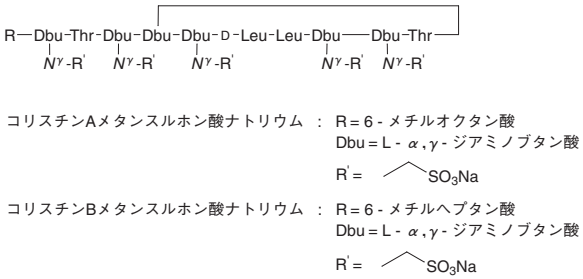
塩緩衝液に溶かして正確に 10 mL とし，標準原液とする．標準原液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品を乾燥し，その約 1000000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 10 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム

Colistin Sodium Methanesulfonate



［*8068-28-8*，コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム］

本品は，コリスチンの誘導体のナトリウム塩である．

本品はコリスチン A メタンスルホン酸ナトリウム及びコリスチン B メタンスルホン酸ナトリウムの混合物である．

本品を乾燥したものは，定量するとき 1 mg 当たり 11500 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，コリスチン A（R＝6-メチルオクタン酸，R′＝H，$C_{53}H_{100}N_{16}O_{13}$：1169.46）としての量を単位で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 20 mg を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）試液 5 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品 40 mg を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，希ヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき，ヨウ素液の色は消失する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，30 分間放置したときの pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.16 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 遊離コリスチン　本品 80 mg を水 3 mL に溶かし，ケイタングステン酸二十六水和物溶液（1 → 10）0.05 mL を加え，直ちにプラスチック製医薬品容器試験法〈*7.02*〉の参照乳濁液と比較するとき，比較液より濃くない（0.25 % 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ii） 培地　ペプトン 10.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，肉エキス 3.0 g 及びカンテン 20.0 g をとり，水 1000 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて滅菌後の pH が 6.5 ～ 6.6 となるように調整した後，滅菌し，種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする．

（iii） 標準溶液　コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に 100000 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は，10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

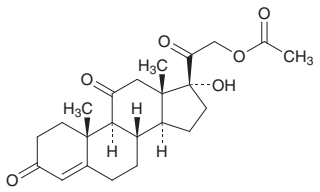
（iv） 試料溶液　本品を乾燥し，その適量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，1 mL 中に約 100000 単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

コルチゾン酢酸エステル

Cortisone Acetate

酢酸コルチゾン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

17,21-Dihydroxypregn-4-ene-3,11,20-trione 21-acetate

［*50-04-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，コルチゾン酢酸エス

テル（$C_{23}H_{30}O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加え，しばらく放置するとき，帯黄緑色を呈し，徐々に黄だいだい色に変わる．紫外線を照射するとき，液は淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，退色し，澄明となる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋207 ～ ＋216°（乾燥後，0.1g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/アセトニトリル混液（7：3）

移動相 B：アセトニトリル/水混液（7：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 5	90	10
5 ～ 25	90 → 10	10 → 90
25 ～ 30	10	90

流量：毎分 1 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 15 μL から得たコルチゾン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，コルチゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：コルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（13：7）

流量：コルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルチゾン酢酸エステル，内標準物

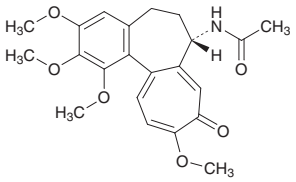
質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

コルヒチン

Colchicine



$C_{22}H_{25}NO_6$：399.44

N-[(7*S*)-(1,2,3,10-Tetramethoxy-9-oxo-5,6,7,9-tetrahydrobenzo[*a*]heptalen-7-yl)]acetamide

[*64-86-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱酢酸エチル物に対し，コルヒチン（$C_{22}H_{25}NO_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は帯黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 50）0.5 mL を赤外吸収スペクトル用臭化カリウム 1 g に加え，よくすり混ぜた後，80 ℃ で 1 時間減圧乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：－235 ～ －250°（脱水及び脱酢酸エチル物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） コルヒセイン 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，その 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は明らかに認められる緑色を帯びない．

（2） 酢酸エチル及びクロロホルム 本品約 0.6 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 20 mL を入れた 100 mL のメスフラスコを用い，クロロホルム 0.30 g を量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．次に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 20 mL を入れた 100 mL のメスフラスコを用い，酢酸エチル約 1.8 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液のクロロホルムのピーク面積は標準溶液（1）のクロロホルムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液及び標準溶液（2）の内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，6.0 % 以下である．

酢酸エチル（$C_4H_8O_2$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：酢酸エチルの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 1-プロパノールの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（3 → 200）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.53 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 1.0 μm で被覆する．

カラム温度：60 ℃ を 7 分間，必要ならば，その後毎分 40 ℃ で 100 ℃ になるまで昇温し，100 ℃ を 10 分間保持する．

注入口温度：130 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：200 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸エチルの保持時間が約 3 分になるように調整する．

スプリット比：1：20

システム適合性

検出の確認：標準溶液（2）2 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 μL から得た酢酸エチルのピーク面積が，標準溶液（2）の酢酸エチルのピーク面積の 0.11 ～ 0.21 % になることを確認する．

システムの性能：クロロホルム 1 mL をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とする．この液 1 mL 及び酢酸エチル 2 mL をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とする．この液 2 mL をとり，内標準溶液 2 mL を加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチル，クロロホルム，内標準物質の順に流出し，クロロ

ホルムと内標準物質の分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）2 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸エチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（3） 類縁物質　本品 60 mg を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりコルヒチン以外のピークの合計量を求めるとき，5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 450 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする．この液に薄めたリン酸（7 → 200）を加えて pH を 5.5 に調整する．

流量：コルヒチンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からコルヒチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たコルヒチンのピーク面積が，試料溶液のコルヒチンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コルヒチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 6000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，コルヒチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 25 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.97 mg $C_{22}H_{25}NO_6$

貯　法

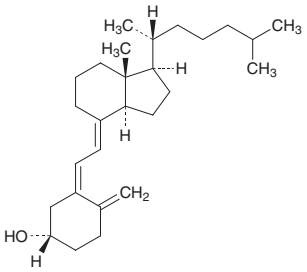
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミン D_3



$C_{27}H_{44}O$：384.64

(3*S*,5*Z*,7*E*)−9,10−Secocholesta−5,7,10(19)−trien−3−ol

[*67−97−0*]

本品は定量するとき，コレカルシフェロール（$C_{27}H_{44}O$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール（95），クロロホルム，ジエチルエーテル又はイソオクタンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって変化する．

融点：84 ～ 88 ℃　本品を毛細管に入れ，デシケーター（減圧・2.67 kPa 以下）で 3 時間乾燥した後，毛細管を直ちに融封し，予想した融点の約 10 ℃ 下の温度に加熱した浴中に入れ，1 分間に 3 ℃ 上昇するように加熱し，測定する．

確認試験

（1） 本品 0.5 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，無水酢酸 0.3 mL 及び硫酸 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はコレカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（265nm）：450 ～ 490（10mg，エタノール（95），1000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：＋103 ～ ＋112°（50 mg，エタノール（95），10 mL，100 mm）．この試験は開封後 30 分以内に溶かし，溶液調製後 30 分以内に測定する．

純度試験　7−デヒドロコレステロール　本品 10 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かし，ジギトニン 20 mg を薄めたエタノール（9 → 10）2.0 mL に溶かした液を加え，18 時間放置するとき，沈殿を生じない．

定 量 法　本操作はできるだけ空気又は酸化剤との接触を避け，遮光容器を用いて行う．本品及びコレカルシフェロール標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれイソオクタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピ

ーク面積に対するコレカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

コレカルシフェロール（$C_{27}H_{44}O$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：コレカルシフェロール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液（1 → 100）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 10 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：常温

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（997：3）

流量：コレカルシフェロールの保持時間が約 25 分になるように調整する．

カラムの選定：コレカルシフェロール標準品 15 mg をイソオクタン 25 mL に溶かす．この液をフラスコに移し，還流冷却器を付け，油浴中で 2 時間加熱し，速やかに室温まで冷却する．この液を石英試験管に移し，短波長ランプ（主波長 254 nm）及び長波長ランプ（主波長 365 nm）を用いて 3 時間照射する．この液 10 mL に移動相を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コレカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミン D_3，トランス-ビタミン D_3 及びタチステロール D_3 の保持時間の比は，約 0.5，約 0.6 及び約 1.1 であり，またプレビタミン D_3 とトランス-ビタミン D_3 及びコレカルシフェロールとタチステロール D_3 の分離度がそれぞれ 1.0 以上のものを用いる．

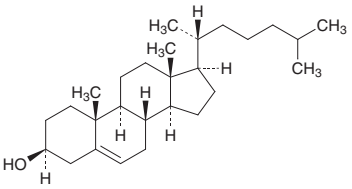
貯　法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

コレステロール

Cholesterol



$C_{27}H_{46}O$：386.65

Cholest-5-en-3β-ol ［*57-88-5*］

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は粒で，においはないか，又はわずかににおいがあり，味はない．

本品はクロロホルム又はジエチルエーテルに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色～淡黄褐色となる．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をクロロホルム 1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 5 mg をクロロホルム 2 mL に溶かし，無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈し，青色を経て緑色に変わる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：－34 ～ －38°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　147 ～ 150 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を共栓フラスコにとり，温エタノール（95）50 mL に溶かし，室温で 2 時間放置するとき，混濁又は沈殿を生じない．

（2）　酸　本品 1.0 g をフラスコに入れ，ジエチルエーテル 10 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10.0 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，ジエチルエーテルを留去し，更に 5 分間煮沸する．冷後，水 10 mL を加え，0.05 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.30 mL 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

コレラワクチン

Cholera Vaccine

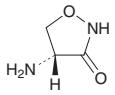
本品は不活化した小川型株及び稲葉型株コレラ菌を含む液状の注射剤である．必要ならば単株の製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準のコレラワクチンの条に適合する．

性　状　本品は白濁した液である．

サイクロセリン

Cycloserine



$C_3H_6N_2O_2$：102.09

(4*R*)-4-Aminoisoxazolidin-3-one ［*68-41-7*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価はサイクロセリン（$C_3H_6N_2O_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したサイクロセリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+108 ～ +114°（乾燥物に換算したもの 2.5 g，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液，50 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.4 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 縮合生成物 本品 20 mg をとり，水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 285 nm における吸光度は，0.8 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.0 ～ 6.1 とする．

（iii） 標準溶液 サイクロセリン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密閉容器．

酢酸
Acetic Acid

本品は定量するとき，酢酸（$C_2H_4O_2$：60.05）30.0 ～ 32.0 w/v% を含む．

性状 本品は無色澄明の液で，刺激性の特異なにおい及び酸味がある．

本品は水，エタノール（95）又はグリセリンと混和する．

比重 d_{20}^{20}：約 1.04

確認試験 本品は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物 本品 20 mL に水 40 mL を加えて試料溶液とする．試料溶液 10 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 （1）の試料溶液 10 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（3 ppm 以下）．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 （1）の試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物 本品 30 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

定量法 本品 5 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器．

氷酢酸
Glacial Acetic Acid

H_3C-CO_2H

$C_2H_4O_2$：60.05

Acetic acid ［*64-19-7*］

本品は定量するとき，酢酸（$C_2H_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性状 本品は無色澄明の揮発性の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，刺激性の特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

沸点：約 118 ℃

比重 d_{20}^{20}：約 1.049

確認試験 本品の水溶液（1 → 3）は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

凝固点〈2.42〉 14.5 ℃ 以上．

純度試験

（1） 塩化物 本品 10 mL に水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 （1）の試料溶液 10 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 （1）の試料溶液

20 mL に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は 30 分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物　本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

定 量 法　共栓フラスコに水 10 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 1.5 g を加え，再び精密に量る．次に水 30 mL を加え，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

酢酸ナトリウム水和物

Sodium Acetate Hydrate
酢酸ナトリウム

$H_3C-CO_2Na \cdot 3H_2O$

$C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$：136.08
Monosodium acetate trihydrate ［*6131-90-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，酢酸ナトリウム（$C_2H_3NaO_2$：82.03）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭があり，清涼な塩味があり，わずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）は酢酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸又はアルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．これを 10 ℃ に冷却するとき，又は 10 ℃ に冷却した後，0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加えるとき，赤色は消える．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.017 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） カルシウム及びマグネシウム　本品 4.0 g を水 25 mL に溶かし，これに塩化アンモニウム 6 g，アンモニア水（28）20 mL 及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液（1 → 10）0.25 mL を加えて溶かし，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その量は 0.5 mL 以下である（指示薬：メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 0.1 g）．ただし，滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする．

（7） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし，希硫酸 5 mL を加えて煮沸し，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加え，更に 5 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

乾燥減量〈*2.41*〉 39.0 ～ 40.5 %（1 g，初め 80 ℃ で 2 時間，次に 130 ℃ で 2 時間）．

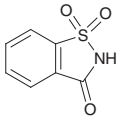
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 8.203 mg $C_2H_3NaO_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$：183.18
1,2-Benzo［*d*］isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide
［81-07-2］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，サッカリン（$C_7H_5NO_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘い．

本品はエタノール（95）にやや溶けくく，水に溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．◆

◆**確認試験**　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

◆**融　点**〈*2.60*〉 226 ～ 230 ℃◆

純度試験

◆（1） 溶状　本品 1.0 g を熱湯 30 mL 又はエタノール（95）50 mL に溶かすとき，液はいずれも無色澄明である．◆

◆（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).◆

(3) 安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品の加熱した飽和溶液 10 mL に，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆(4) *o*-トルエンスルホンアミド　本品 10 g を水酸化ナトリウム試液 70 mL に溶かし，酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液（1 → 4）30 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に *o*-トルエンスルホンアミド 0.10 g をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：225 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である.◆

(5) 硫酸呈色物〈1.15〉　本品 0.20 g をとり，試験を行う．ただし，48 ～ 50 ℃ で 10 分間加温する．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL に溶かし，水 40 mL を加えて混和し，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

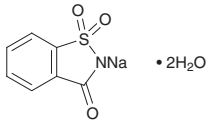
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 18.32 mg $C_7H_5NO_3S$

貯 法 容 器　密閉容器．

サッカリンナトリウム水和物

Saccharin Sodium Hydrate

サッカリンナトリウム



$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$：241.20

2-Sodio-1,2-benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide dihydrate　[*6155-57-3*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サッカリンナトリウム（$C_7H_4NNaO_3S$：205.17）99.0 ～ 101.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，味は極めて甘く，10000 倍の水溶液でも甘味がある．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくい．

本品は空気中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う.◆

確認試験

◆(1) 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.◆

(2) 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

◆(1) 溶状　本品 1.0 g を水 1.5 mL 又はエタノール（95）50 mL に溶かすとき，液はいずれも無色澄明である.◆

(2) 酸又はアルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

◆(3) 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 0.7 mL 及び水を加えて 50 mL とし，器壁をガラス棒でこすり，結晶が析出し始めたら 1 時間放置する．次に乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下).◆

(4) 安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，酢酸（31）5 滴及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

◆(5) *o*-トルエンスルホンアミド　本品 10 g を水 50 mL に溶かし，酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液（1 → 4）30 mL で洗い，無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて脱水した後，

酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に *o*-トルエンスルホンアミド 0.10 g をとり，酢酸エチルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：200 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：225 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．◆

（6） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．ただし，48 ～ 50 ℃ で 10 分間放置する．液の色は色の比較液 A より濃くない．

水　分〈2.48〉 15.0 % 以下（0.1 g，容量適定法，直接適定）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，必要ならばわずかに加熱して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.52 mg $C_7H_4NNaO_3S$

◆貯　法　容　　器　密閉容器．◆

サラシ粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき，有効塩素（Cl：35.45）30.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，塩素ようのにおいがある．

本品に水を加えるとき，一部が溶け，液は赤色リトマス紙を青変し，次に徐々にこれを脱色する．

確認試験

（1） 本品に希塩酸を加えるとき，塩素臭のあるガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する．

（2） 本品 1 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

定 量 法　本品約 5 g を精密に量り，乳鉢に入れ，水 50 mL を加えてよくすり混ぜた後，水を用いて 500 mL のメスフラスコに移し，水を加えて 500 mL とする．よく振り混ぜ，直ちにその 50 mL を正確にヨウ素瓶にとり，ヨウ化カリウム試液 10 mL 及び希塩酸 10 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.545 mg Cl

貯　法

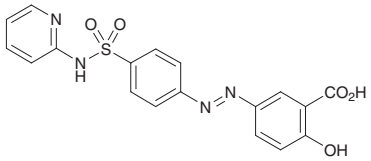
保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン



$C_{18}H_{14}N_4O_5S$：398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid ［599-79-1］

本品を乾燥したものは定量するとき，サラゾスルファピリジン（$C_{18}H_{14}N_4O_5S$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品はピリジンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：240 ～ 249 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かした液は赤褐色を呈し，これに亜ジチオン酸ナトリウム 0.5 g を振り混ぜながら徐々に加えるとき，液の赤褐色は徐々に退色する．この液を以下（2）～（4）の試験に用いる．

（2） （1）で得た液 1 mL をとり，水 40 mL を加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液で中和し，更に水を加えて 50 mL とし，この液 5 mL に希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に退色する．

（3）（1）で得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）（1）で得た液 1 mL にピリジン 1 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜ，次に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし，硝酸 2 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g をとり，水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし，塩酸 2 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液として，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を分解フラスコにとり，硝酸 20 mL を加え，流動状態になるまで弱く加熱する．冷後，硫酸 5 mL を加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸 5 mL を加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 25 mL とする．この液 5 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 5 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をピリジン 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ピリジンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール（9 → 10）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（6） サリチル酸 本品 0.10 g をとり，ジエチルエーテル 15 mL を加えて激しく振り混ぜ，これに希塩酸 5 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過する．更に水層にジエチルエーテル 15 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過し，先のろ液と合わせる．ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる．残留物に希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，希硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液に溶かし，正確に 400 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 535 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，サリチル酸の量は 0.5 % 以下である．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（%）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times 0.05$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，薄めた過酸化水素（30）（1 → 40）10 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液 1 mL
＝ 1.992 mg $C_{18}H_{14}N_4O_5S$

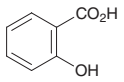
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

サリチル酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$：138.12

2-Hydroxybenzoic acid ［*69-72-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味があり，刺激性である．

本品はエタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験 本品の水溶液（1 → 500）はサリチル酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

融 点〈*2.60*〉 158 ～ 161 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 5.0 g に水 90 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 30 mL をとり，希硝

酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える（0.008 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 （1）のろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 C より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（2 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.05 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.81 mg $C_7H_6O_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

サリチル酸精
Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）2.7 ～ 3.3 w/v% を含む．

製 法

サリチル酸	30 g
グリセリン	50 mL
エタノール	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

比重 d_{20}^{20}：約 0.86

確認試験 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 520 ～ 535 nm に吸収の極大を示す（サリチル酸）．

アルコール数〈1.01〉 8.8 以上（第 2 法）．

定 量 法 本品 10 mL を正確に量り，エタノール（95）10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，エタノール（95）10 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を正確に加え，更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水を用いて同様に操作した液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg） = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

複方サリチル酸精
Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）1.8 ～ 2.2 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）0.43 ～ 0.53 w/v% を含む．

製 法

サリチル酸	20 g
液状フェノール	5 mL
グリセリン	40 mL
エタノール	800 mL
常水又は精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡赤色澄明の液である．

比重 d_{20}^{20}：約 0.88

確認試験

（1） 本品 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（2） 本品 1 mL に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL で抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，10 分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（3） 本品 0.5 mL に希塩酸 5 mL を加え，クロロホルム 5 mL で抽出し，試料溶液（1）とする．また，本品 2 mL に希塩酸 5 mL を加え，クロロホルム 5 mL で抽出し，抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗い，試料溶液（2）とする．別にサリチル酸及びフェノール 0.01 g ずつをそれぞれクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒と

して約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液（1）及び標準溶液（1）から得たスポットの R_f 値は等しく，試料溶液（2）及び標準溶液（2）から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液（1）から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉 7.5 以上（第 2 法）．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 50 mg を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1/5)$

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1/5)$

W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液（1 → 1250）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）

流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

サリチル酸絆創膏
Salicylic Acid Adhesive Plaster

製 法

サリチル酸，細末	500 g
絆創膏基剤	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，精選したゴム，樹脂類，酸化亜鉛及びその他の物質を練り合わせ，粘着性物質とし，布に均等に延べて製する．

性 状 本品の膏面は類白色で，皮膚によく付着する．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

サリチル・ミョウバン散
Salicylated Alum Powder

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）2.7 ～ 3.3 % を含む．

製 法

サリチル酸，細末	30 g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム，微末	640 g
タルク，微末	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品は白色の粉末である．

確認試験

（1） 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 520 ～ 535 nm に吸収の極大を示す（サリチル酸）．

（2） 本品 0.3 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法 本品約 0.33 g を精密に量り，エタノール（95）80 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に

100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を正確に加え，更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，エタノール（95）10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

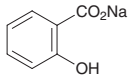
サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用サリチル酸の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$：160.10
Monosodium 2-hydroxybenzoate ［*54-21-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸ナトリウム（$C_7H_5NaO_3$）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．
本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.02 以下である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸　0.30 mL にエタノール（95）28 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4）　亜硫酸塩又はチオ硫酸塩　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，塩酸 1 mL を加えてろ過し，ろ液に 0.05 mol/L ヨウ素液 0.15 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（5）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g を分解フラスコにとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，白煙が生じるまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，冷後，更に過酸化水素（30）2 mL を加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．必要ならば硝酸及び過酸化水素（30）を加えて加熱する操作を繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が生じるまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

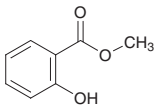
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.01 mg $C_7H_5NaO_3$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$：152.15
Methyl 2-hydroxybenzoate ［*119-36-8*］

本品は定量するとき，サリチル酸メチル（$C_8H_8O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の液で，強い特異なにおいがある．
本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．
本品は水に極めて溶けにくい．
比重　d^{20}_{20}：1.182 ～ 1.192
沸点：219 ～ 224 ℃

確認試験　本品 1 滴に水 5 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 5.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，フェノールレッド試液 2 滴を加え，液の赤色が消えるまで 0.1 mol/L 塩酸で滴定するとき，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.45 mL 以下で

ある．

（2） 重金属 本品 10.0 mL に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，塩酸 1 滴を加え，硫化水素を通じて飽和するとき，油層及び水層は暗色を呈しない．

定量法 本品約 2 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱し，冷後，過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 76.07 mg $C_8H_8O_3$

貯法 容器 気密容器．

複方サリチル酸メチル精
Compound Methyl Salicylate Spirit

製法

サリチル酸メチル	40 mL
トウガラシチンキ	100 mL
d-又は *dl*-カンフル	50 g
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状 本品は帯赤黄色の液で，特異なにおいがあり，味はやくようである．

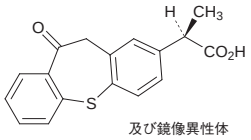
確認試験

（1） 本品 1 mL に希メタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する（サリチル酸メチル）．

（2） 本品 1 mL にクロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜ，試料溶液とする．別にサリチル酸メチル 0.04 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯法 容器 気密容器．

ザルトプロフェン
Zaltoprofen



$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36
(2*RS*)-2-(10-Oxo-10,11-dihydrodibenzo[*b*,*f*]thiepin-2-yl)propanoic acid
[*74711-43-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のアセトン溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム 0.5 g を加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，薄めた塩酸（1 → 2）5 mL を加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．

（2） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融点〈2.60〉 135 ～ 139 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（2 → 25）を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のザルトプロフェンのピーク及びザルトプロフェンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（300：200：1）

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からザルトプロフェンの保持時間の約 15 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たザルトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：ザルトプロフェン 25 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ザルトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 29.84 mg $C_{17}H_{14}O_3S$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ザルトプロフェン錠

Zaltoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36）を含む．

製 法 本品は「ザルトプロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ザルトプロフェン」80 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）30 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液 1 mL にエタノール（99.5）を加えて 20 mL とする．この液 2 mL にエタノール（99.5）を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm 及び 329 ～ 333 nm に吸収の極大を示し，波長 241 ～ 245 nm に吸収の肩を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 4 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール（95）を加えてよく振り混ぜた後，1 mL 中にザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 4 mg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液（1 → 1000）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 44 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，エタノール（99.5）20 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，溶出試験第 2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 340 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 75 % 以上である．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

C：1 錠中のザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 10 個をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール（95）を加えてよく振り混ぜた後，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）約 8 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水 4 mL を加えた後にエタノール（95）を加えて溶かし正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，エタノール（95）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につ

き，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ザルトプロフェン（$C_{17}H_{14}O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/酢酸（100）混液（300：200：1）

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

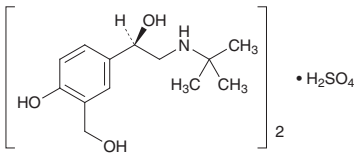
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

サルブタモール硫酸塩

Salbutamol Sulfate

硫酸サルブタモール



及び鏡像異性体

$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：576.70

(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethyl)amino-1-(4-hydroxy-3-hydroxymethylphenyl)ethanol hemisulfate ［*51022-70-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，サルブタモール硫酸塩〔$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 12500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/2-プロパノール/水/アンモニア水（28）混液（25：15：8：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に 5 分間放置した後，噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　ホウ素　本品 50 mg 及びホウ素標準液 5.0 mL をとり，それぞれを白金るつぼに入れ，炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，120 ℃ で 1 時間乾燥し，直ちに強熱灰化する．冷後，残留物に水 0.5 mL 及びクルクミン試液 3 mL を加え，水浴上で 5 分間穏やかに加温する．冷後，酢酸（100）・硫酸試液 3 mL を加えて混和し，30 分間放置した後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，エタノール（95）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 555 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 57.67 mg $(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

酸化亜鉛
Zinc Oxide
亜鉛華

ZnO：81.41

本品を強熱したものは定量するとき，酸化亜鉛（ZnO）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品は強熱するとき，黄色となり，冷えると色はもとに戻る．

（2）　本品の希塩酸溶液（1 → 10）は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　炭酸塩及び溶状　本品 20 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，希硫酸 30 mL を加え，水浴上でかき混ぜながら加熱するとき，泡立たない．また，この液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g に水 10 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.20 mL を加えるとき，液は無色である．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g に水 40 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.096 % 以下）．

（4）　鉄　本品 1.0 g をとり，薄めた塩酸（1 → 2）50 mL に溶かし，更にペルオキソ二硫酸アンモニウム 0.1 g を加えて溶かし，4−メチル−2−ペンタノン 20 mL で抽出する．次に 4−メチル−2−ペンタノン層に鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて再び抽出し，鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする．別に鉄標準液 1.0 mL をとり，同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液に L−アスコルビン酸溶液（1 → 100）2 mL を加えて混和し，30 分間放置後，2,2′−ビピリジルのエタノール（95）溶液（1 → 200）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，30 分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（5）　鉛　本品 2.0 g に水 20 mL を加え，かき混ぜながら酢酸（100）5 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉　1.0 % 以下（1 g，850 ℃，1 時間）．

定 量 法　本品を 850 ℃ で 1 時間強熱し，その約 0.8 g を精密に量り，水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）をわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 4.071 mg ZnO

貯　法　容　　器　気密容器．

酸化カルシウム
Calcium Oxide
生石灰

CaO：56.08

本品を強熱したものは定量するとき，酸化カルシウム（CaO）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の堅い塊で，粉末を含み，においはない．

本品は熱湯に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品 1 g は水 2500 mL にほとんど溶ける．

本品は空気中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1）　本品を水で潤すとき，発熱して白色の粉末となり，これを約 5 倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する．

（2）　本品 1 g に水 20 mL を混ぜ，酢酸（31）を滴加して溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸不溶物　本品 5.0 g に水少量を加えて崩壊し，水 100 mL を加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸 1 mL を加える．この液を 5 分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2）　炭酸塩　本品 1.0 g に水少量を加えて崩壊し，水 50 mL とよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の希塩酸を加えるとき，著しく泡立たない．

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品 1.0 g に水 75 mL を混ぜ，塩酸を滴加して溶かし，更に塩酸 1 mL を追加する．1 ～ 2 分間煮沸し，アンモニア試液で中和し，これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後，水浴上で 2 時間加熱する．冷後，水を加えて 200 mL とし，よく混ぜてろ過する．ろ液 50 mL を量り，硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，残留物を 600 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，その量は 15 mg 以下である．

強熱減量〈*2.43*〉　10.0 % 以下（1 g，900 ℃，恒量）．

定 量 法　本品を 900 ℃ で恒量になるまで強熱し，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，その約 0.7 g を精密に量り，水 50 mL 及び薄めた塩酸（1 → 3）8 mL を加え，加熱し

て溶かし，冷後，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 50 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え，更にNN指示薬 0.1 g を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.122 mg CaO

貯　法　容　　器　気密容器．

酸化チタン
Titanium Oxide

TiO_2：79.87

本品を乾燥したものは定量するとき，酸化チタン（TiO_2）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが，塩酸，硝酸又は希硫酸に溶けない．

本品は硫酸水素カリウム，水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え，加熱して融解するとき，可溶性塩に変わる．

本品 1 g に水 10 mL を加え，振り混ぜた液は中性である．

確認試験　本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え，白煙を発するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 5 mL に過酸化水素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄赤色を呈する．

純度試験

（1）　鉛　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，硫酸水素カリウム 10.0 g を加え，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強く加熱し，時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する．冷後，クエン酸水素二アンモニウム溶液（9 → 20）30 mL 及び水 50 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，試料原液とする．試料原液 25 mL を分液漏斗に入れ，硫酸アンモニウム溶液（2 → 5）10 mL 及びチモールブルー試液 5 滴を加え，アンモニア試液で中和し，更にアンモニア試液 2.5 mL を加えた後，この液にジチゾンの酢酸 *n*–ブチル溶液（1 → 500）20 mL を正確に加え，10 分間振り混ぜて得た酢酸 *n*–ブチル溶液を試料溶液とする．別に鉛標準液 6.0 mL を白金るつぼにとり，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である（60 ppm 以下）．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン又は水素
　支燃性ガス　空気
ランプ：鉛中空陰極ランプ
波長：283.3 nm

（2）　ヒ素〈1.11〉（1）の試料原液 20 mL を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 20 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2.0 mL を加え，以下検液と同様に操作する（10 ppm 以下）．

（3）　水可溶物　本品 4.0 g に水 50 mL を加え，よく振り混ぜて一夜放置する．次に塩化アンモニウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ，必要ならば更に塩化アンモニウム試液 2 mL を加え，酸化チタンが沈着した後，水を加えて 200 mL とし，よく振り混ぜ，二重ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，澄明なろ液 100 mL をとり，水浴上で蒸発した後，650 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，残留物の量は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，るつぼに入れ，二硫酸カリウム 3 g を加え，ふたをし，初めは弱く，次に徐々に温度を上げ，内容物が融解した状態で 30 分間加熱し，更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明な液となる程度に 30 分間加熱する．冷後，るつぼの内容物を 250 mL のビーカーに移し，更に水 75 mL 及び硫酸 2.5 mL の混液で洗い込み，水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する．これに L–酒石酸 2 g を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴を加え，アンモニア試液で中和し，薄めた硫酸（1 → 2）1 ～ 2 mL を加えて酸性とし，硫化水素を十分に通じる．次にアンモニア試液 30 mL を加え，再び硫化水素を通じて飽和した後，10 分間放置してろ過する．ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液 2.5 mL を含む L–酒石酸アンモニウム溶液（1 → 100）25 mL ずつで 10 回洗う．ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化鉄（Ⅱ）の酸化を防ぐ．ろ液及び洗液を合わせ，薄めた硫酸（1 → 2）40 mL を加え，煮沸して硫化水素を除き，冷後，水を加えて 400 mL とする．これにクペロン試液 40 mL をかき混ぜながら徐々に加え，放置して黄色の沈殿が沈着した後，更に白色の沈殿が生じるまでクペロン試液を加える．沈殿を軽く吸引しながら定量分析用ろ紙でろ過し，薄めた塩酸（1 → 10）で 20 回洗い，最後はやや強く吸引して水分を除く．沈殿をろ紙とともに 70 ℃ で乾燥し，質量既知のるつぼに入れ，初めは極めて弱く，煙を発しなくなればしだいに強く加熱し，900 ～ 950 ℃ で恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量り，酸化チタン（TiO_2）の量とする．

貯　法　容　　器　密閉容器．

酸化マグネシウム
Magnesium Oxide

MgO：40.30

本品を強熱したものは定量するとき，酸化マグネシウム（MgO）96.0 % 以上を含む．

本品の 5 g の容積が 30 mL 以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる．

性　状　本品は白色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気中で湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験 本品の希塩酸溶液（1 → 50）はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0 g をビーカーにとり，水 100 mL を加え，時計皿で覆い，水浴上で 5 分間加熱した後，直ちにろ過し，冷後，ろ液 50 mL をとり，メチルレッド試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．また，ろ液 25 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 10 mg 以下である．

（2） 炭酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて煮沸し，冷後，酢酸（31）5 mL を加えるとき，ほとんど泡立たない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を希塩酸 20 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 35 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸 2 mL，鉛標準液 4.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（4） 鉄〈*1.10*〉 本品 40 mg をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（500 ppm 以下）．

（5） 酸化カルシウム 本品を強熱し，その約 0.25 g を精密に量り，希塩酸 6 mL を加え，加熱して溶かす．冷後，水 300 mL 及び L-酒石酸溶液（1 → 5）3 mL を加え，更に 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール溶液（3 → 10）10 mL，8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：NN 指示薬 0.1 g）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 0.5608 mg CaO

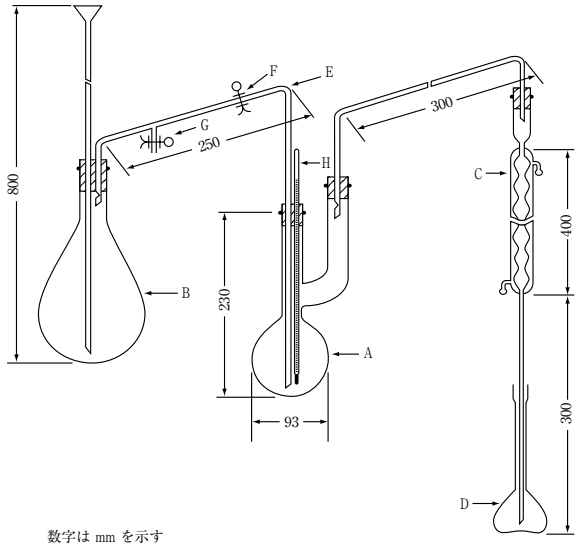
酸化カルシウム（CaO：56.08）の量は 1.5 % 以下である．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.20 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）．

（7） 酸不溶物 本品 2.0 g に水 75 mL を加え，振り混ぜながら塩酸 12 mL を滴加し，5 分間煮沸する．不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

（8） フッ化物

（i） 装置 図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．



A：容量約 300 mL の蒸留フラスコ
B：容量約 100 mL の水蒸気発生器
突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器 容量 200 mL のメスフラスコ
E：内径約 8 mm の水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

（ii） 操作法 本品 5.0 g をとり，水 20 mL を用いて蒸留フラスコ A に洗い込み，ガラスウール約 1 g 及び薄めた精製硫酸（1 → 2）50 mL を加える．A をあらかじめ水蒸気導入管 E に水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器 D には，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器 C の下端をこの液に浸す．A を徐々に加熱して液の温度が 130 ℃ になったとき，ゴム管 F を開いてゴム管 G を閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器 B から水蒸気を通じる．同時に A 中の液の温度を 135 ～ 145 ℃ に保つように A を加熱する．蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする．留液が約 170 mL になったとき，蒸留を止め，C の少量を水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に 200 mL とし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．

試験液中のフッ素（F：19.00）の量（mg）

= 標準液 5 mL 中のフッ素の量（mg）

$\times (A_T / A_S) \times (200 / V)$

フッ素（F）の量は 0.08 % 以下である．

強熱減量〈*2.43*〉 10 % 以下（0.25 g，900 ℃，恒量）．

定 量 法 本品を 900 ℃ で恒量になるまで強熱し，その約 0.2 g を精密に量り，水 10 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験（5）で得た酸化カルシウム（CaO）に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015 mg MgO

酸化カルシウム（CaO）1 mg
= 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.36 mL

貯 法 容 器 気密容器.

三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide
亜ヒ酸
三酸化二ヒ素

As_2O_3：197.84

本品を乾燥したものは定量するとき，三酸化ヒ素（As_2O_3）99.5 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の粉末で，においはない.

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験 本品 0.2 g に水 40 mL を加え，水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験 溶状 本品 1.0 g をアンモニア試液 10 mL に弱く加熱して溶かすとき，液は澄明である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）20 mL を加え，必要ならば加温して溶かす．水 40 mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加え，液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後，炭酸水素ナトリウム 2 g，水 50 mL を加え，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）.

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 4.946 mg As_2O_3

貯 法 容 器 気密容器.

酸素

Oxygen

O_2：32.00

本品は定量するとき，酸素（O_2）99.5 vol% 以上を含む.

性 状 本品は無色のガスで，においはない.

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で水 32 mL 又はエタノール（95）7 mL に溶ける.

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.429 g である.

確認試験

（1） 本品に木片の燃えさしを入れるとき，木片は直ちに燃える.

（2） 本品及び酸素 1 mL ずつを，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，純度試験（5）の操作条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，本品から得た主ピークの保持時間は，酸素の保持時間に一致する.

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする.

（1） 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びブロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え，5 分間煮沸する．その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A，B 及び C に入れる．更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を，B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え，密栓をして冷却する．次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき，液の色は B 管中の液のだいだい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない.

（2） 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える.

（3） 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり，これに酢酸（100）1 滴ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 2000 mL を（1）と同様の方法で 30 分間で通じるとき，A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである.

（4） 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり，これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁は B 液の混濁と同じである.

（5） 窒素 本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，窒素のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない.

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 250 ～ 355 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする.

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 5 分になるように調整する.

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

定 量 法

（i） 装置　図に示すものを用いる．A は二方活栓 a を有する 100 mL のガスビュレットで，b ～ c，d ～ e 及び e ～ f は 0.1 mL 目盛り，c ～ d は 2 mL 目盛りである．A は水準管 B と肉厚ゴム管で連結し，A 及び B のほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満たす．ガスピペット C の吸収球 g には直径 2 mm 以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め，更に塩化アンモニウム・アンモニア試液 125 mL を入れ，ゴム栓 i を閉じ，A と肉厚ゴム管で連結する．

（ii） 操作法　a を開き B を下げて g 中の液を a の活栓孔のところまで吸い上げた後，a を閉じ，次に a の試料導入管 h に通じる孔を開き，B を上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液を A 及び h 中に全満した後，a を閉じ，試料容器を h につなぎ再び a を開いて，B を下げながら本品約 100 mL を精密に量る．a の C に通じる孔を開き B を上げて本品を g 中へ送り込み，a を閉じて C を 5 分間，前後に穏やかに振り動かす．吸収されずに残るガスを a を開き B を下げて A 中へ戻し，その容量を量る．この操作を繰り返し，吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量り V（mL）とする．ただし，C 中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも 4 回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する．V 及び本品の採取量を 20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算する．

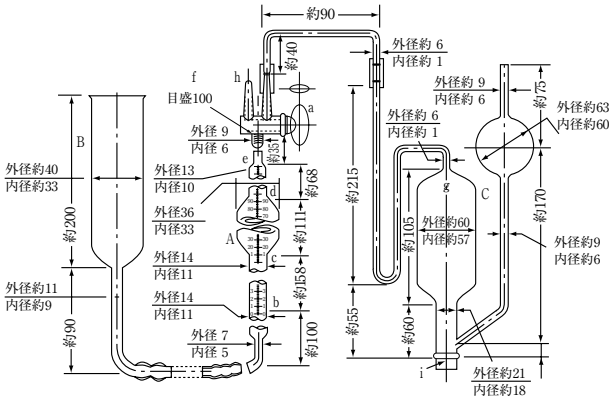
酸素（O_2）の量（mL）
＝試料の採取量の換算値（mL）－ V の換算値（mL）

貯　法

保存条件　40 ℃ 以下で保存する．
容　　器　耐圧金属製密封容器．

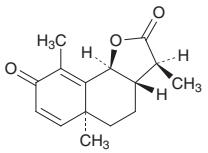
b ～ c＝0.1 mL目盛
c ～ d＝ 2 mL目盛
d ～ e＝0.1 mL目盛
e ～ f＝0.1 mL目盛

目盛線は，赤色とする．
b ～ f＝100 mL



サントニン

Santonin



$C_{15}H_{18}O_3$：246.30
(3*S*,3a*S*,5a*S*,9b*S*)-3,5a,9-Trimethyl-3a,5,5a,9b-tetrahydronaphtho[1,2-*b*]furan-2,8(3*H*,4*H*)-dione
[*481-06-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サントニン（$C_{15}H_{18}O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって黄色になる．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－170 ～ －175°（0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 172 ～ 175 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） アルカロイド　本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 100）20 mL を加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 10 mL に水を加えて 30 mL とし，この液にヨウ素試液 3 滴を加えて 3 時間放置するとき，液は混濁しない．

（3） アルテミシン　本品を粉末とし，その 1.0 g にクロロホルム 2 mL を加え，わずかに加温して溶かすとき，液は澄明で黄色を呈しないか，又は黄色を呈しても色の比較液 A より濃くない．

（4） フェノール類　本品 0.20 g に水 10 mL を加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき，液は混濁しない．

（5） 酸呈色物　本品 10 mg を硝酸で潤すとき，直ちに呈色しない．また 0 ℃ に冷却した硫酸で潤すとき，直ちに呈色しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，エタノール（95）10 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L

水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 5 分間加熱する．急冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 24.63 mg $C_{15}H_{18}O_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジアスターゼ

Diastase

本品は主として麦芽から製したもので，でんぷん消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1 g 当たり 440 でんぷん糖化力単位以上を含む．

本品は，通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性　状　本品は淡黄色～淡褐色の粉末である．

本品は吸湿性である．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法

（i）　基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．

（ii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．

（iii）　操作法　消化力試験法〈4.03〉のでんぷん消化力試験法（i）でんぷん糖化力測定法により操作する．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジアスターゼ・重曹散

Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製　法

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	300 g
沈降炭酸カルシウム	400 g
酸化マグネシウム	100 g
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性　状　本品は淡黄色で，特異な塩味がある．

貯　法　容　　器　密閉容器．

複方ジアスターゼ・重曹散

Compound Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製　法

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	600 g
酸化マグネシウム	150 g
ゲンチアナ末	50 g
全　　量	1000 g

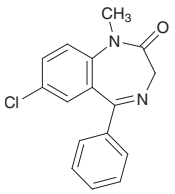
以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性　状　本品はわずかに褐色を帯びた淡黄色で，特異なにおいがあり，味は苦い．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ジアゼパム

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one　［*439-14-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジアゼパム（$C_{16}H_{13}ClN_2O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 2 mg を硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）200 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，青色～ 青緑色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（285 nm）：425 ～ 445〔乾燥後，2 mg，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000），200 mL〕．

融　点〈2.60〉　130 ～ 134 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.47 mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2：42.04

Aminonitrile ［*420-04-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シアナミド（CH_2N_2）97.0 ～ 101.0 % を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（99.5）又はアセトンに極めて溶けやすい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

本品は吸湿性である．

融点：約 46 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品のアセトン溶液（1 → 100）1 ～ 2 滴を赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により製した臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後，赤外吸収スペクトル法〈2.25〉の薄膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

水分〈2.48〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，希硝酸 2 ～ 3 滴を加えた後，アンモニア試液 10 mL を加える．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，希硝酸で中和した後，更に希硝酸 3 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 2.102 mg CH_2N_2

貯法

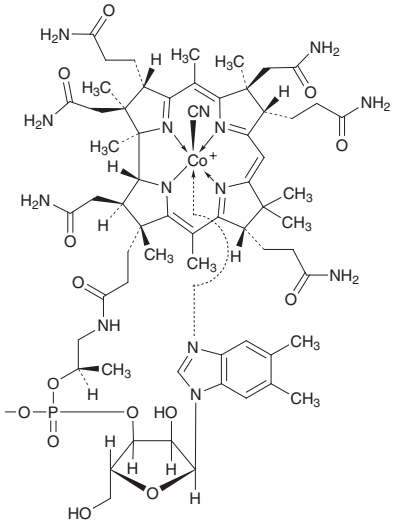
保存条件 冷所に保存する．

容器 気密容器．

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミン B_{12}



$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37

Coα-[*α*-(5,6-Dimethylbenz-1*H*-imidazol-1-yl)]-*Coβ*-cyanocobamide [*68-19-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシアノコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．

（3）　本品 5 mg を 50 mL の蒸留フラスコにとり，水 5 mL に溶かし，ホスフィン酸 2.5 mL を加えた後，短い冷却器を付け，冷却器の先端は試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）1 mL 中に浸す．次いで，10 分間穏やかに煮沸し，留液 1 mL を得るまで蒸留する．試験管中の液に硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）飽和溶液 4 滴を加えて穏やかに振り混ぜ，フッ化ナトリウム 0.03 g を加えて沸騰するまで加熱した後，直ちに薄めた硫酸（1 → 7）を液が澄明になるまで滴加し，更に薄めた硫酸（1 → 7）3 ～ 5 滴を追加するとき，液は青色～青緑色を呈する．

pH〈2.54〉　本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　プソイドシアノコバラミン　本品 1.0 mg を水 20 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，*m*-クレゾール/四塩化炭素混液（1：1）5 mL を加え，1 分間激しく振り混ぜた後，放置して下層を別の分液漏斗に移し，薄めた硫酸（1 → 7）5 mL を加え，激しく振り混ぜる．必要ならば遠心分離するとき，上澄液の色は無色か，又は次の比較液より濃くない．

比較液：0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6 mL に水を加えて 1000 mL とする．

乾燥減量〈2.41〉　12 % 以下（50 mg，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），100 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品及びシアノコバラミン標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 1000 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 361 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

シアノコバラミン注射液

Cyanocobalamin Injection

ビタミン B_{12} 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 115.0 % に対応するシアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37）を含む．

製　法　本品は「シアノコバラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡赤色～赤色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：4.0 ～ 5.5

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 279 nm，360 ～ 362 nm 及び 548 ～ 552 nm に吸収の極大を示す．また，波長 360 ～ 362 nm 及び 548 ～ 552 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_2/A_1 は 0.29 ～ 0.32 である．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のシアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100

mL とし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品（別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する．

シアノコバラミン（$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

貯　法

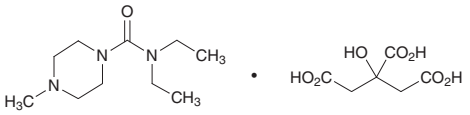
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

Diethylcarbamazine Citrate

クエン酸ジエチルカルバマジン



$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42

N,*N*-Diethyl-4-methylpiperazine-1-carboxamide monocitrate ［*1642-54-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，酸味及び苦味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，アセトン，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えた後，クロロホルム 5 mL ずつで 4 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせて水 10 mL で洗った後，クロロホルムを水浴上で蒸発し，残留物にヨードエタン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて 5 分間穏やかに煮沸する．次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き，エタノール（95）4 mL を加えて氷水中で冷却し，かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え，沈殿が結晶になるまでかき混ぜる．30 分間氷水中に放置した後，結晶をろ取し，エタノール（95）4 mL に溶かし，同じ操作を繰り返して再結晶し，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 151 ～ 155 ℃ である．

（2）（1）のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

融　点〈2.60〉　135.5 ～ 138.5 ℃

純度試験　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.75 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.14 mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯　法　容　　器　気密容器．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

クエン酸ジエチルカルバマジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42）を含む．

製　法　本品は「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.5 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，以下「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.8 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとり，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．水層を分取し，希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，更に内標準溶液 20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，クロロホルム層を試料溶液とする．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水 10 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，クロロホルム層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩（$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクタデカンのクロロホルム溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用 35 % フェニル−メチルシリコーンポリマーをシラン処理した 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：145 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ジエチルカルバマジンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

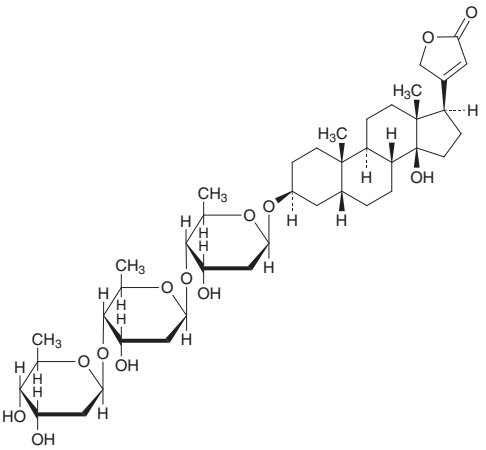
システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ジギトキシン

Digitoxin



$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94

3β−[2,6−Dideoxy−β−D−*ribo*−hexopyranosyl−(1→4)−2,6−dideoxy−β−D−*ribo*−hexopyranosyl−(1→4)−2,6−dideoxy−β−D−*ribo*−hexopyranosyloxy]−14−hydroxy−5β,14β−card−20(22)−enolide　[*71−63−6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）90.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2）　本品 2 mg に新たに調製した 1,3−ジニトロベンゼンのエタノール（95）溶液（1 → 100）25 mL を加え，振り混ぜて溶かす．この液 2 mL をとり，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は徐々に赤紫色を呈し，次に退色する．

（3）　本品及びジギトキシン標準品 1 mg ずつをエタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）50 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+16 ～ +18°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，20 mL，200 mm）．

純度試験　ジギトニン　本品 10 mg をとり，かき傷のない試験管に入れ，エタノール（95）2 mL に溶かし，コレステロールのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて穏やかに混ぜ，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5 % 以下（0.5 g，減圧，100 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びジギトキシン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水 12.5 mL を加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジギトキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　アセナフテンのメタノール溶液（3 → 1000000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール/水混液（3：1）

流量：ジギトキシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジギトキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジギトキシン錠

Digitoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$：764.94）を含む．

製　法　本品は「ジギトキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従いジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）2 mg に対応する量をとり，分液漏斗に入れ，水 30 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム 30 mL を加え激しく振り混ぜる．クロロホルム抽出液を少量の無水硫酸ナトリウムを置いた漏斗を用いてろ過し，すり合わせのナス型フラスコに入れる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物をクロロホルム 10 mL に溶かす．この液 5 mL を内径約 10 mm の小試験管にとり，水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物につき，「ジギトキシン」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）で得たクロロホルム溶液 4 mL を減圧で加温して蒸発乾固し，残留物に新たに調製した 1,3-ジニトロベンゼンのエタノール（95）溶液（1 → 100）10 mL を加え，振り混ぜて溶かす．この液 2 mL につき，「ジギトキシン」の確認試験（2）を準用する．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を 50 mL のビーカーにとり，水 0.5 mL を加えて崩壊させ，アセトニトリル 5 mL を加え，時計皿でビーカーを覆い，水浴上で 5 分間加温する．冷後，ビーカーの中の液を分液漏斗 A に移し，ビーカーはクロロホルム 30 mL，次いで水 20 mL で洗い，洗液は分液漏斗 A に合わせ，よく振り混ぜて抽出する．クロロホルム抽出液は，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）5 mL を入れた分液漏斗 B に分取し，振り混ぜて洗った後，クロロホルム層はあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてフラスコにろ過する．分液漏斗 A の水層は更にクロロホルム 30 mL ずつで 2 回抽出し，それぞれの抽出液は先に用いた分液漏斗 B 中の炭酸水素ナトリウム溶液で洗った後，同様にろ過し，ろ液は先のろ液に合わせる．この液を減圧で加温して蒸発乾固した後，残留物に 1 mL 中にジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 5 μg を含む液となるように薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に V mL とし，20 分間激しく振り混ぜて溶かし，試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたエタノール（4 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール（4 → 5）2 mL ずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管 T，S 及び B に入れる．次に 0.02 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加えて振り混ぜ，直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 400 nm，蛍光の波長 570 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）

$$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 2000)$$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に適当な方法で脱気した薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，回転バスケット法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 a+15 mL をとり，直ちに 37±0.5 ℃ に加温した同容量の試験液を注意して補う．溶出液 a+15 mL は孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．表示量に従いジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 2 μg に対応する容量の試料溶液 a mL を正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_{30} に入れ，37±0.5 ℃ で 30 分間加温する．更に溶出試験開始 60 分後，溶出液 a+15 mL をとり，同様に操作した後，試料溶液 a mL を正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_{60} に入れる．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，37±0.5 ℃ で 60 分間加温した後，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を標準溶液とする．標準溶液及び試験液 a mL ずつを正確に量り，共栓遠心沈殿管 T_S 及び T_B に入れる．それぞれの共栓遠心沈殿管 T_{30}，T_{60}，T_S 及び T_B にクロロホルム 7 mL ずつを正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離を行う．水層を除き，クロロホルム層の 5 mL を正確に量り，それぞれ褐色の試験管 T'_{30}，T'_{60}，T'_S 及び T'_B に入れ，この液のクロロホルムを留去した後，0.05 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 4 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，10 分間放置する．次に希過酸化水素試液 0.5 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 395 nm，蛍光の波長 560 nm における蛍光の強さ F_{30}，F_{60}，F_S，及び F_B を測定するとき，本品の 30 分間及び 60 分間の溶出率はそれぞれ 60 % 以上及び 85 % 以上である．

本品は再試験の規定を適用しない．

30 分間におけるジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times \{(F_{30} - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

60 分間におけるジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \left(\frac{F_{60} - F_B}{F_S - F_B} + \frac{F_{30} - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{a + 15}{500} \right) \times \frac{1}{C}$$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の表示量（mg）
$a + 15$：規定時間の溶出液の採取量（mL）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 12.5 mL を加えて 10 分間振り混ぜる．次に内標準溶液 10 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジギトキシン標準品を 100 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水 12.5 mL を加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ジギトキシン」の定量法を準用する．

ジギトキシン（$C_{41}H_{64}O_{13}$）の量（mg）

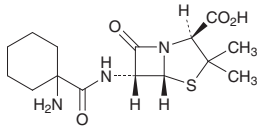
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.025$

W_S：ジギトキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液（3 → 1000000）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

シクラシリン
Ciclacillin



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43
(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(1-Aminocyclohexanecarbonyl)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid ［*3485-14-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シクラシリン（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．
本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクラシリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+300 ～ +315°（2 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水 分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びシクラシリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シクラシリン（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：シクラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 オルシンの移動相溶液（1 → 500）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：酢酸アンモニウム 0.771 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 4.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 850 mL にアセトニトリル 150 mL を加える．
流量：シクラシリンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクラシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシクラシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

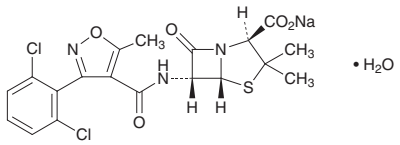
貯 法 容 器 気密容器．

ジクロキサシリンナトリウム水和物

Dicloxacillin Sodium Hydrate

ジクロキサシリンナトリウム

メチルジクロロフェニルイソキサゾリルペニシリンナトリウム



$C_{19}H_{16}Cl_2N_3NaO_5S \cdot H_2O$：510.32

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2,6-dichlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate　[*13412-64-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 910 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジクロキサシリン（$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$：470.33）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロキサシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　標準溶液　ジクロキサシリンナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，24 時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

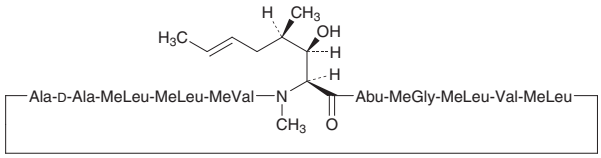
（iv）　試料溶液　本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

シクロスポリン

Ciclosporin

サイクロスポリン A



Abu = (2*S*)-2-アミノ酪酸

MeGly = *N*-メチルグリシン

MeLeu = *N*-メチルロイシン

MeVal = *N*-メチルバリン

$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$：1202.61

cyclo{-[(2*S*,3*R*,4*R*,6*E*)-3-Hydroxy-4-methyl-2-methylaminooct-6-enoyl]-L-2-aminobutanoyl-*N*-methylglycyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-valyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-alanyl-D-alanyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-valyl-}　[*59865-13-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シクロスポリン（$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシクロスポリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－185 ～ －193°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液（1），（2）又は（3）より濃くない．

比較液（1）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.8 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（2）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL，塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.3 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.5 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（3）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 0.7 倍より大きくない．また，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシクロスポリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たシクロスポリンのピーク面積が，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品及びシクロスポリン標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを水/アセトニトリル混液（1：1）に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のシクロスポリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

シクロスポリン（$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したシクロスポリン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．なお，試料導入部とカラムは内径 0.3 mm，長さ 1 m のステンレス管で接続する．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度（試料導入部とカラムを接続するステンレス管を含む．）

移動相：水/アセトニトリル/*tert*-ブチルメチルエーテル/リン酸混液（520：430：50：1）

流量：シクロスポリンの保持時間が約 27 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シクロスポリン U 3 mg を水/アセトニトリル混液（1：1）2.5 mL に溶かし，標準溶液 2.5 mL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，シクロスポリン U，シクロスポリンの順に溶出し，その分離度は 1.2 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

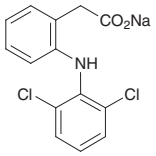
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

［*15307-79-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナクナトリウム（$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 250）1 mL に硝酸 1 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品 5 mg につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，淡緑色を呈する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液

を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（3 → 2500）混液（4：3）

流量：ジクロフェナクの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジクロフェナクの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル 35 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし，この液 1 mL をとり，移動相を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 40 mL に溶かし，希塩酸 2 mL を加え，生じた沈殿をクロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する．分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム 15 mL で洗い，洗液は抽出液に合わせ，1 mol/L 塩酸試液のエタノール（99.5）溶液（1 → 100）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

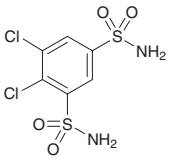
0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 31.81 mg $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$

貯 法 容 器 気密容器．

ジクロフェナミド

Diclofenamide

ジクロルフェナミド



$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16

4,5-Dichlorobenzene-1,3-disulfonamide ［*120-97-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に塩酸 0.1 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジクロフェナミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 237 ～ 240 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.160 % 以下）．

（2） セレン　本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸 4 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン標準液 3 mL を正確に量り，過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれ A_T 及び A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（30 ppm 以下）．

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約 1000 ℃ とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジクロフェナミド以外のピークの合計面積は，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ジクロフェナミドの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たジクロフェナミドのピーク面積が，標準溶液のジクロフェナミドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジクロフェナミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品及びジクロフェナミド標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 30 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液（1：1）

流量：ジクロフェナミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジクロフェナミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジクロフェナミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

ジクロフェナミド錠

Diclofenamide Tablets

ジクロルフェナミド錠

本品は定量するとき，表示量の 92 ～ 108 % に対応するジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$：305.16）を含む．

製法 本品は「ジクロフェナミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジクロフェナミド」0.2 g に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物 0.01 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に塩酸試液 0.1 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 284 ～ 288 nm 及び 293 ～ 297 nm に吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を 100 ℃，減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，エタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉

末とする．ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，移動相 25 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にジクロフェナミド標準品を 100 ℃，減圧・0.67 kPa 以下で 5 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相 30 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ジクロフェナミド」の定量法を準用する．

ジクロフェナミド（$C_6H_6Cl_2N_2O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

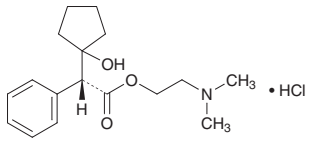
W_S：ジクロフェナミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（3 → 5000）

貯　法　容　　器　密閉容器．

シクロペントラート塩酸塩

Cyclopentolate Hydrochloride
塩酸シクロペントラート



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl：327.85
2-(Dimethylamino)ethyl (2*RS*)-2-(1-hydroxycyclopentyl)phenylacetate monohydrochloride
[*5870-29-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シクロペントラート塩酸塩（$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95），酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.2 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，1 分間煮沸する．冷後，硝酸 2 滴を加えるとき，フェニル酢酸ようのにおいを発する．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融　点〈*2.60*〉　135 ～ 138 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/酢酸 *n*-ブチル/水/アンモニア水（28）混液（100：60：23：17）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 10）を均等に噴霧し，120 ℃ で 30 分間加熱した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（1 g）．

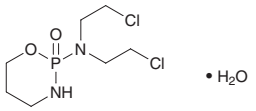
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.79 mg $C_{17}H_{25}NO_3$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

シクロホスファミド水和物

Cyclophosphamide Hydrate
シクロホスファミド



$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O：279.10
N,*N*-Bis(2-chloroethyl)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate
[*6055-19-2*]

本品は定量するとき，シクロホスファミド水和物（$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P$・H_2O）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95），無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

融点：45 ～ 53 ℃

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えるとき，沈殿を生じない．この液を煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

（2） 本品 0.02 g に薄めた硫酸（1 → 25）1 mL を加え，白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えて振り混ぜ，アンモニア試液で中和した後，希硝酸を加えて酸性とする．この液はリン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.40 g をとり，20 ℃ 以下で試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

水 分〈*2.48*〉 5.5 ～ 7.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，塩化水素・エタノール試液 15 mL を加え，還流冷却器を付け，吸湿を防ぎながら，水浴中で 3.5 時間加熱した後，エタノールを減圧で留去する．残留物を無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）40 mL に溶かし，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 13.96 mg $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$

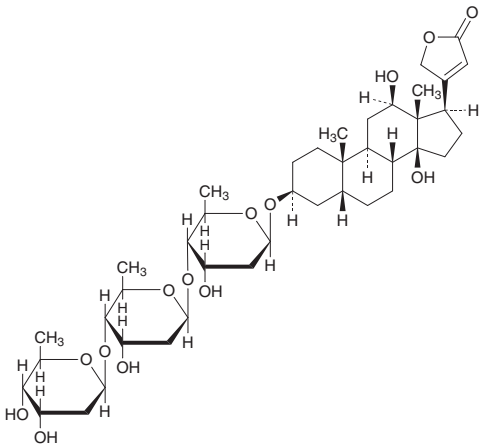
貯 法

保存条件 30 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

ジゴキシン

Digoxin



$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94

3*β*-[2,6-Dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12*β*,14-dihydroxy-5*β*,14*β*-card-20(22)-enolide ［*20830-75-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）96.0 ～ 106.0 % を含む．

性 状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+10.0 ～ +13.0°（乾燥後，0.2 g，無水ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g に薄めたエタノール（4 → 5）15 mL を加え，70 ℃ に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 25.0 mg を正確に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 10 mL 及び希エタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にギトキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その 5.0 mg を正確に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 50

mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のギトキシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない．また，試料溶液から得たジゴキシン及びギトキシン以外のピークの合計面積は面積百分率法により求めるとき，3 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確にとり，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン 25 mg を温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）5 mL を正確に加えた後，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品及びジゴキシン標準品を乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，それぞれを温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジゴキシン錠

Digoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 105.0 % に対応するジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94）を含む．

製 法 本品は「ジゴキシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ジゴキシン」0.5 mg に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加えて，10 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品 0.5 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（3 → 100）1 容量にトリクロロ酢酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 4）4 容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱した後，紫外線（主波長 366 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 0.5 mL を加えて崩壊させ，内標準溶液 0.5 mL を正確に加えた後，1 mL 中にジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 21 μg を含む液となるように希エタノール V mL を加え 20 分間超音波処理した後，5 分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 0.5 mL を正確に加え，水 1.5 mL 及び希エタノール（$V-2$）

mL を加えて標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 200)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピル 1 g をエタノール（95）に溶かし，40000/V mL とする．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液には薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，少量のエタノール（95）に溶かした後，エタノール（95）4 容量に水 1 容量を加えた液を加えて正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管に入れる．これらに 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起波長 360 nm，蛍光波長 485 nm における蛍光強度 F_T，F_S 及び F_B を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 65 % 以上である．

本品は再試験の規定を適用しない．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 2.5 mg に対応する量を精密に量り，希エタノール 30 mL を加え，20 分間超音波処理した後，5 分間振り混ぜる．内標準溶液 5 mL を正確に加え，希エタノールを加えて 50 mL とし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジゴキシン注射液
Digoxin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 105.0 % に対応するジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94）を含む．

製　法　本品は「ジゴキシン」を 5 ～ 50 vol% エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い 1 mL 中に「ジゴキシン」約 0.25 mg を含む液となるように必要ならばメタノールを加え，試料溶液とする．なお，他成分の影響を受ける場合は固相抽出等を行う．別にジゴキシン標準品 0.5 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水混液（7：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液（3 → 100）1 容量にトリクロロ酢酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 4）4 容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱した後，紫外線（主波長 366 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

エンドトキシン〈*4.01*〉 200 EU/mg 未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）約 2.5 mg に対応する量を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に希エタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を 105 ℃ で 1 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，温エタノール（95）50 mL に溶かし，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水 10 mL 及び希エタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジゴキシン（$C_{41}H_{64}O_{14}$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：ジゴキシン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

次硝酸ビスマス
Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス（Bi：208.98）71.5 ～ 74.5 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが，泡立たない．

本品はわずかに吸湿性があり，潤した青色リトマス紙に接触するとき，これを赤変する．

確認試験　本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.7 g に水 2 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は硝酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（2） 硫酸塩　本品 3.0 g を加温した硝酸 3.0 mL に溶かし，この液を水 100 mL 中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発して 30 mL とし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，混濁しない．

（3） アンモニウム　本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 銅　（2）の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ろ過した液は青色を呈しない．

（5） 鉛　本品 1.0 g に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加え，注意しながら 2 分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液 10 滴を加え，酢酸（100）を 1 滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない．

（6） 銀　（2）の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（7） アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g に薄めた酢酸（31）（1 → 2）40 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じた後，ろ過し，残留物を水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は 5.0 mg 以下である．

（8） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.20 g に硫酸 2 mL を加え，白煙を発生するまで加熱し，注意して水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（2 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 5）5 mL を加え，加温して溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 200 mL を加え，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が黄色に変わるときとする．

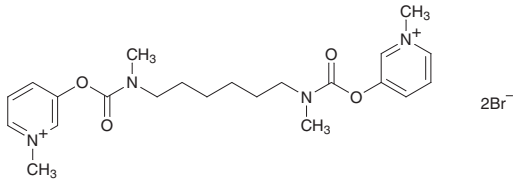
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
$= 4.180$ mg Bi

貯　法　容　　器　密閉容器.

ジスチグミン臭化物

Distigmine Bromide

臭化ジスチグミン



$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32

3,3′−[Hexamethylenebis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1−methylpyridinium) dibromide ［*15876−67−2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95) 又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい.

本品の水溶液（1 → 100）の pH は 5.0 ～ 5.5 である.

本品はやや吸湿性である.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約 150 ℃（分解）.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 溶状　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（4） 類縁物質　本品 40 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/水/エタノール(99.5)/酢酸（100）混液（8：3：2：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（8：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法，白金電極）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.82 mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

ジスチグミン臭化物錠

Distigmine Bromide Tablets

臭化ジスチグミン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32）を含む.

製　法　本品は「ジスチグミン臭化物」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 268 ～ 272 nm に吸収の極大を示し，波長 239 ～ 243 nm に吸収の極小を示す.

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）約 15 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用臭化ジスチグミン（別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 270 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに 241 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する.

ジスチグミン臭化物（$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$）の量（mg）

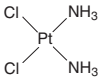
$= W_S \times \{(A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1})\} \times (1/2)$

W_S：脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器.

シスプラチン

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$：300.05

(*SP*-4-2)-Diamminedichloroplatinum ［*15663-27-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シスプラチン（$Cl_2H_6N_2Pt$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）5 mL に塩化スズ（Ⅱ）二水和物溶液（1 → 100）2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品の塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9 → 1000）溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシスプラチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシスプラチン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 2000）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウムを 80 ℃ で 3 時間乾燥し，その 10 mg を塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）に溶かして正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，塩化ナトリウム溶液（9 → 1000）を加えて，正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：209 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に第四級アンモニウム基を導入した 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 800）

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシスプラチン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のシスプラチンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定する．

シスプラチン（$Cl_2H_6N_2Pt$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：シスプラチン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：310 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸エチル/メタノール/水/*N*,*N*-ジメチルホルムアミド混液（25：16：5：5）

流量：シスプラチンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

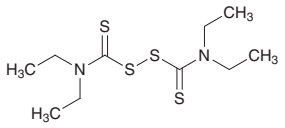
システムの性能：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ジスルフィラム

Disulfiram



$C_{10}H_{20}N_2S_4$：296.54

Tetraethylthiuram disulfide ［*97-77-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジスルフィラム

($C_{10}H_{20}N_2S_4$) 99.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく，メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

(1)　本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2)　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融　点〈2.60〉　70 ～ 73 ℃

純度試験

(1)　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(2)　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(3)　ジエチルジチオカルバミン酸　本品 0.10 g をトルエン 10 mL に溶かし，薄めた炭酸ナトリウム試液 (1 → 20) 10 mL を加えて振り混ぜる．水層を分取し，トルエン 10 mL で洗った後，硫酸銅 (Ⅲ) 五水和物溶液 (1 → 250) 5 滴及びトルエン 2 mL を加えて，振り混ぜ，静置するとき，トルエン層は淡黄色を呈さない.

(4)　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 40 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (7：3)

流量：ジスルフィラムの保持時間が約 8 分になるように調整する.

カラムの選定：本品 50 mg 及びベンゾフェノン 50 mg をメタノール 40 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．この液 1 mL を量り，移動層を加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾフェノン，ジスルフィラムの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液 10 μL から得たジスルフィラムのピーク高さが 15 ～ 30 mm になるように調整する.

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約 3.5 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　0.20 % 以下 (2 g，シリカゲル，24 時間).

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下 (2 g).

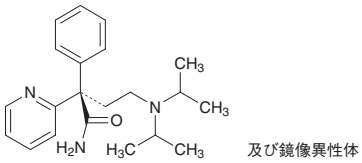
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，アセトン 20 mL に溶かし，次に水 1.5 mL 及びヨウ化カリウム 1.0 g を加え，よく振り混ぜて溶かす．これに塩酸 3.0 mL を加え，密栓して振り混ぜ，暗所に 3 分間放置した後，水 70 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 14.83 mg $C_{10}H_{20}N_2S_4$

貯 法 容　器　気密容器.

ジソピラミド

Disopyramide



$C_{21}H_{29}N_3O$：339.47

(2*RS*)-4-Bis(1-methylethyl)amino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide　[*3737-09-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジソピラミド ($C_{21}H_{29}N_3O$) 98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール (95) に極めて溶けやすく，無水酢酸，酢酸 (100) 又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

(1)　本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 1 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 172 ～ 176 ℃ である.

(2)　本品の 0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液溶液 (1 → 25000) につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(3)　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$ (269 nm)：194 ～ 205 (10 mg，0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液，500 mL).

純度試験

(1)　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をエタノール (95) 10 mL

に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）10 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 400 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/アンモニア水（28）混液（45：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

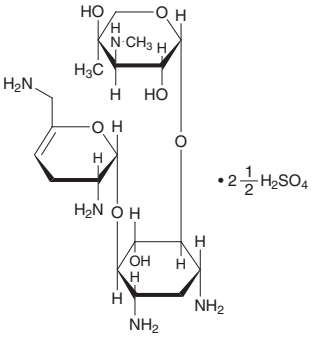
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.97 mg $C_{21}H_{29}N_3O$

貯 法 容 器 気密容器．

シソマイシン硫酸塩

Sisomicin Sulfate

硫酸シソマイシン



$C_{19}H_{37}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：692.72

3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-β-L-arabinopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*glycero*-hex-4-enopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine hemipentasulfate ［*53179-09-2*］

本品は，*Micromonospora inyoensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 590 ～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シソマイシン（$C_{19}H_{37}N_5O_7$：447.53）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，臭素試液 0.3 mL を加えるとき，液の色は直ちに消える．

（2） 本品及びシソマイシン硫酸塩標準品 15 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋100 ～ ＋110°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品の換算した乾燥物 50 mg に対応する量をとり，水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL，1 mL 及び 1.5 mL ずつを正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で約 5 分間加熱する．試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）より得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，R_f 値約 0.35 及び R_f 値約 0.30 のスポットはそれぞれ標準溶液（3）から得たスポットより濃くなく，R_f 値約 0.25 を示すガラミンのスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ類縁物質の総和は 6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12228 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiを用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 シソマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確にとり，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）及び 0.25 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．この液適量を正確にとり，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）及び 0.25 μg（力価）を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

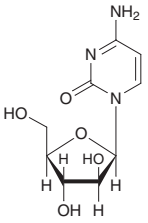
貯 法

保存条件 遮光して，空気を窒素又はアルゴンで置換して −20 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$：243.22

1-β-D-Arabinofuranosylcytosine

［*147-94-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シタラビン（$C_9H_{13}N_3O_5$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+154 ～ +160°（乾燥後，0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色透明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.009 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える．（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和 1-ブタノールを展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．また，この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

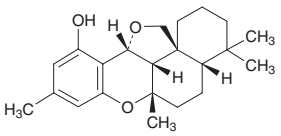
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.16 mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯 法 容 器 気密容器．

シッカニン

Siccanin



$C_{22}H_{30}O_3$：342.47

(4a*S*, 6a*S*, 11b*R*, 13a*S*, 13b*S*)-4, 4, 6a, 9-Tetramethyl-1, 2, 3, 4, 4a, 5, 6, 6a, 11b, 13b-decahydro-13*H*-benzo[*a*]furo[2, 3, 4-*mn*]xanthen-11-ol　[*22733-60-4*]

本品は，*Helminthosporium siccans* の培養によって得られる抗真菌活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，シッカニン（$C_{22}H_{30}O_3$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシッカニン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシッカニン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－165 ～ －175°（0.1 g，エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　138 ～ 142 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-クロロベンゼンジアゾニウム塩試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3 個以下で標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びシッカニン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シッカニン（$C_{22}H_{30}O_3$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：シッカニン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　1, 4-ジフェニルベンゼンのメタノール溶液（1 → 30000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/pH 5.9 のリン酸塩緩衝液混液（19：6）

流量：シッカニンの保持時間が約 17 分になるように調整する．

システム適合性

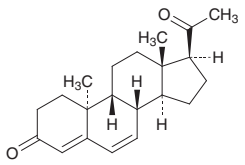
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シッカニン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシッカニンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

9β, 10α-Pregna-4, 6-diene-3, 20-dione　[*152-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 5 mL 及び硫酸 2 ～ 3 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－470 ～ －500°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 167 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により，操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 10 mg を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/エタノール（95）/アセトニトリル混液（53：26：21）

流量：ジドロゲステロンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びプロゲステロン 1 mg ずつを移動相 20 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジドロゲステロン，プロゲステロンの順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．ただし，測定波長は，265 nm とする．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たジドロゲステロンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドロゲステロンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 286 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= (A / 845) \times 100000$

貯 法 容 器 気密容器．

ジドロゲステロン錠

Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$：312.45）を含む．

製 法 本品は「ジドロゲステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ジドロゲステロン」0.05 g に対応する量をとり，メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ジドロゲステロン」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のろ液 1 mL をとり，メタノールを加えて 200 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 284 ～ 288 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 296 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量（mg）
C：1 錠中のジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 286 nm における吸光

度 A_T 及び A_S を測定する．

ジドロゲステロン（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量（mg）

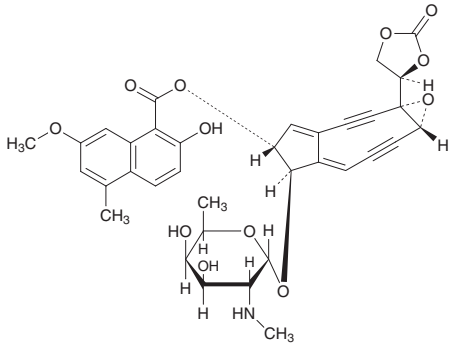
貯　法　容　　器　気密容器．

ジノスタチン　スチマラマー

Zinostatin Stimalamer

ジノスタチンスチマラマー

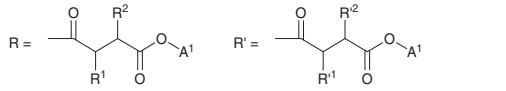
クロモフォア部分



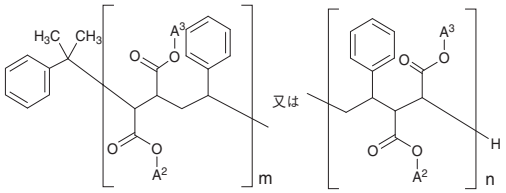
(4*S*, 6*R*, 11*R*, 12*R*)−11−[α−D−2, 6−Dideoxy−2−(methylamino)−galactopyranosyloxy]−4−[(4*R*)−2−oxo−1, 3−dioxolan−4−yl]−5−oxatricyclo[8.3.0.0^{4,6}]trideca−1(13), 9−diene−2, 7−diyn−12−yl 2−hydroxy−7−methoxy−5−methylnaphthalene−1−carboxylate

スチレン−マレイン酸交互共重合体が結合したアポプロテイン部分

R-Ala-Ala-Pro-Thr-Ala-Thr-Val-Thr-Pro-Ser-Ser-Gly-Leu-Ser-Asp-Gly-Thr-Val-
R'
Val-Lys-Val-Ala-Gly-Ala-Gly-Leu-Gln-Ala-Gly-Thr-Ala-Tyr-Asp-Val-Gly-Gln-Cys-Ala-Trp-Val-Asp-Thr-Gly-Val-Leu-Ala-Cys-Asn-Pro-Ala-Asp-Phe-Ser-Ser-Val-Thr-Ala-Asp-Ala-Asp-Gly-Ser-Ala-Ser-Thr-Ser-Leu-Thr-Val-Arg-Arg-Ser-Phe-Glu-Gly-Phe-Leu-Phe-Asp-Gly-Thr-Arg-Trp-Gly-Thr-Val-Asp-Cys-Thr-Thr-Ala-Ala-Cys-Gln-Val-Gly-Leu-Ser-Asp-Ala-Ala-Gly-Asn-Gly-Pro-Glu-Gly-Val-Ala-Ile-Ser-Phe-Asn



R^1 及び R^2 は，互いに異なりそれぞれ



を表す．R'^1 及び R'^2 も同様である．

A^1 = H 又は NH_4

A^2, A^3 = H 又は NH_4 又は C_4H_9（A^2, A^3 が共に C_4H_9 を示すことはない）

m + n：平均約 5.5

［*123760−07−6*］

本品はクロモフォアとアポプロテイン（113 個のアミノ酸よりなるポリペプチド）よりなるジノスタチン 1 分子に，部分ブチルエステル化したスチレン−マレイン酸交互共重合体 2 分子を結合させて得られる平均分子量約 15,000 の物質である．交互共重合体はアポプロテインの N 末端のアラニンの α−アミノ基及び 20 位のリジンの ε−アミノ基とアミド結合している．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1080 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジノスタチンスチマラマーとしての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 10 mg を水酸化ナトリウム試液 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品 1 mg を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 1 mL に溶かし，トリクロロ酢酸溶液（1 → 5）0.5 mL を加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品及びジノスタチンスチマラマー標準品の pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品及びジノスタチンスチマラマー標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとジノスタチンスチマラマー標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（268 nm）：15.5 ～ 18.5（脱水物に換算したもの 4 mg，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：−30.0 ～ −38.0°（脱水物に換算したもの 20 mg，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，5 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 10 mg を水 1 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 40 mg を正確に量り，るつぼに入れ，第 2 法により炭化及び灰化した後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，その質量 W_T g を量る．次に，残留物を薄めた塩酸（1 → 5）0.1 mL で潤し，水 1 mL，薄めたアンモニア試液（1 → 2）85 μL 及び希酢酸 0.1 mL を加え，更に水を加えてその質量を W_T + 2.0 g とする．この液に薄めたアンモニア試液（1 → 20）又は薄めた塩酸（1 → 50）を加え，pH を 3.2 ～ 3.4 とした後，水を加えてその質量を W_T + 2.5 g とし，検液とする．別に，試料を用いないで検液の調製と同様に操作し，空試験液とする．また，硝酸 2 mL，硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL をとり，第 2 法により蒸発乾固する．冷後，その質量 W_S g を量る．次に，残留物を薄めた塩酸（1 → 5）0.1 mL で潤し，以下検液の調製と同様に操作し，pH を 3.2 ～ 3.4 とした後，鉛標準液 80 μL を加え，更に水を加えてその質量を W_S + 2.5 g とし，比較液とする．検液，空試験液及び比較液に，それぞれ薄めた硫化ナトリウム試液（1 → 6）10 μL を加

えて混和し，5 分間放置した後，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 400 nm における吸光度 A_T，A_0 及び A_S を測定するとき，$A_T - A_0$ は $A_S - A_0$ より大きくない（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　別に規定する．

（4） 工程由来の無機塩類　別に規定する．

水　分〈2.48〉 12.0 % 以下（10 mg，電量滴定法）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．ただし，（iii），（iv）及び（v）の操作は直接又は間接の日光を避けて行う．

（i） 試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

（iii） 標準溶液　ジノスタチンスチマラマー標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，高濃度標準溶液とする．高濃度標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，高濃度試料溶液とする．高濃度試料溶液 5 mL を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，低濃度試料溶液とする．

（v） 操作法　培養前に，3 ～ 5 ℃ で 2 時間放置する．

貯　法

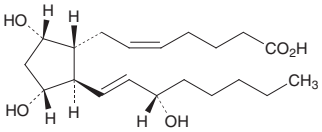
保存条件　遮光して，−20 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジノプロスト

Dinoprost

プロスタグランジン $F_{2\alpha}$



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

(5*Z*)−7−{(1*R*,2*R*,3*R*,5*S*)−3,5−Dihydroxy−2−[(1*E*,3*S*)−3−hydroxyoct−1−en−1−yl]cyclopentyl}hept−5−enoic acid

[*551−11−1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジノプロスト（$C_{20}H_{34}O_5$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色のろう状の塊又は粉末，若しくは無色～淡黄色澄明の粘稠性のある液で，においはない．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加え，5 分間振り混ぜて溶かすとき，液は暗赤色を呈する．この液に硫酸 30 mL を追加するとき，液はだいだい黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（2） 本品 1 mg を薄めた硫酸（7 → 10）50 mL に溶かし，50 ℃ の水浴中で 40 分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を 40 ℃ に加温して液状としたものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+24 ～ +31°（0.2 g，エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をエタノール（99.5）5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 10 mg をメタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロストのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（5：2）

流量：ジノプロストの保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.01 g ずつをメタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて 10 mL とする．この液 1 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて 30 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの 5 ～ 15 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジノプロストの保持時間の約 1.5 倍の範囲

水　分〈2.48〉 0.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 50 mg を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，窒素気流中で 0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1 mL = 7.090 mg $C_{20}H_{34}O_5$

貯　法

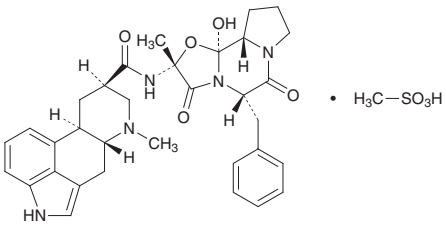
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

Dihydroergotamine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴタミン



$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：679.78

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methyl-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

［*6190-39-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩（$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色又は灰白色～帯赤白色の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg を L-酒石酸溶液（1 → 100）5 mL に溶かし，この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.4 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，灰化する．冷後，残留物に水 10 mL を加え，沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に塩酸 0.5 mL を加えた液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．別に本品 0.1 g に希塩酸 5 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は澄明である．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－16.7 ～ －22.7°〔乾燥物に換算したもの 0.5 g，エタノール（99.5)/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（10：10：1)，20 mL，100 mm〕．

pH〈*2.54*〉　本品 0.05 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.4 ～ 5.4 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をメタンスルホン酸溶液（7 → 100）0.1 mL 及び水 50 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液（1）又は（2）より濃くない．

比較液（1）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.6 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.15 mL をそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

比較液（2）：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.6 mL，塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.25 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.1 mL をそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避けて，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確にとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 10 mL を正確にとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を冷風で 1 分以内に乾燥する．直ちに，新たに調製したジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 再び展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，薄層板を温風で乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，6 時間）．

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（10：1）170 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸1mL ＝ 13.60 mg $C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

貯　法

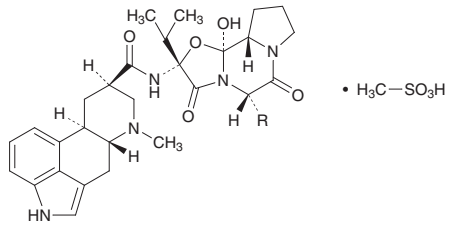
保存条件　遮光して保存する．

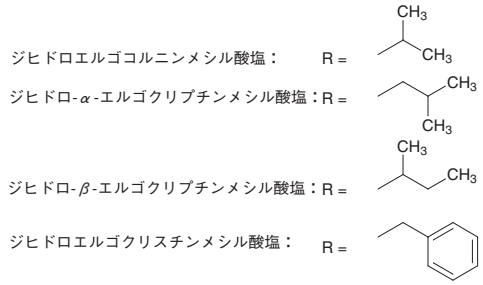
容　　器　気密容器．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩

Dihydroergotoxine Mesilate

メシル酸ジヒドロエルゴトキシン





ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩

$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：659.79

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′, 5′−bis(1−methylethyl)−9, 10−dihydroergotaman−3′, 6′, 18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′−(1−methylethyl)−5′−(2−methylpropyl)−9, 10−dihydroergotaman−3′, 6′, 18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*, 10*R*)−12′−Hydroxy−2′−(1−methylethyl)−5′−(1−methylpropyl)−9, 10−dihydroergotaman−3′, 6′, 18−trione monomethanesulfonate

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩

$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：707.84

(5′*S*, 10*R*)−5′−Benzyl−12′−hydroxy−2′−(1−methylethyl)−9, 10−dihydroergotaman−3′, 6′, 18−trione monomethanesulfonate

［*8067−24−1*，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩［ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩（$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩（$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の混合物］を 97.0 ～ 103.0 % 含み，ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩（$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$），ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩（$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の相対含量はそれぞれ 30.3 ～ 36.3 % である．また，ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）とジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）の相対含量比は 1.5 ～ 2.5：1 である．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋11.0 ～ ＋15.0°（脱水物に換算したもの 0.2 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL に硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.4 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 200 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.100 g を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン 10 mg を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 6 mL，4 mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて，それぞれ正確に 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．ただし，展開用容器にろ紙を入れない．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を冷風で乾燥し，直ちに新たに調製したジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（50：50：3：1）を展開溶媒とし再び約 15 cm 展開した後，薄層板を 1 分以内に冷風で乾燥させる．これに 4−ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し，冷風で 2 分以内に乾燥し，次に 40 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下で，かつ標準溶液（3）から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である．

水　分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1）ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩　本品及びジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品約 30 mg ずつを精密に

量り，それぞれを水/アセトニトリル混液（3：1）に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水/アセトニトリル混液（3：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め，次式によりジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 の量を求める．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩 の量（mg）

$$= W_S \times \{(M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}) / (M_{SA} + M_{SB} + M_{SC} + M_{SD})\}$$

W_S：脱水物に換算したジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

M_{TA}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80

M_{TB}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ−α−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

M_{TC}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85

M_{TD}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

M_{SA}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比×659.80

M_{SB}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ−α−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

M_{SC}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比×707.85

M_{SD}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比×673.83

内標準溶液　クロラムフェニコール 0.04 g を水/アセトニトリル混液（3：1）に溶かし，250 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液（30：10：1）

流量：クロラムフェニコールの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン，ジヒドロ−β−エルゴクリプチンの順に溶出し，ジヒドロ−α−エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ−α−エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ−β−エルゴクリプチンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 0.5 % 以下である．

（2）　ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量　定量法（1）の試料溶液のクロマトグラムよりジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩（ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩とジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩）及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量を以下の式に従い求める．

ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩の相対含量（%）

$$= \{M_{TA} / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$$

ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩の相対含量（%）

$$= \{(M_{TB} + M_{TD}) / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$$

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量（%）

$$= \{M_{TC} / (M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD})\} \times 100$$

（3）　ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比　定量法（1）の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める．

ジヒドロ−α−エルゴクリプチンメシル酸塩の
ジヒドロ−β−エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比

$$= M_{TB} / M_{TD}$$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

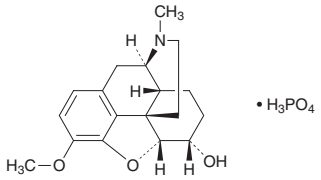
容　　器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩

Dihydrocodeine Phosphate

リン酸ジヒドロコデイン

リン酸ヒドロコデイン



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38

(5*R*,6*S*)−4,5−Epoxy−3−methoxy−17−methylmorphinan−6−ol monophosphate　［*24204−13−5*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色〜帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 〜

5.0 である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）はリン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.94 mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散 1%

1%　Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散 1%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38）0.90 ～ 1.10 % を含む．

製　法

ジヒドロコデインリン酸塩	10 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品約 5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン（別途 105 ℃，4 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量(mg)

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散 10%

10%　Dihydrocodeine Phosphate Powder

リン酸ジヒドロコデイン散 10%

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

ジヒドロコデインリン酸塩	100 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本品約 2.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リン酸ジヒドロコデイン（別途 105 ℃，4 時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジヒドロコデインリン酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5$

W_S：乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

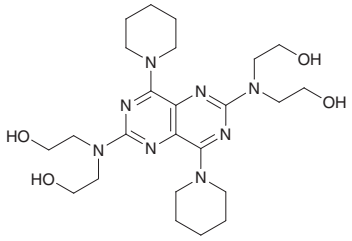
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ジピリダモール

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$：504.63

2,2′,2″,2‴-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol　[*58-32-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジピリダモール（$C_{24}H_{40}N_8O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 2 mL に溶かし，硝酸 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール/塩酸混液（99：1）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　165 ～ 169 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジピリダモール以外のピークの合計面積は，標準溶液のジピリダモールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 0.2 g を水 200 mL に溶かし，メタノール 800 mL を加える．

流量：ジピリダモールの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：ジピリダモールの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たジピリダモールのピーク面積が，標準溶液のジピリダモールのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品 7 mg 及びテルフェニル 3 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジピリダモール，テルフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジピリダモールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.2 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，メタノール 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 50.46 mg $C_{24}H_{40}N_8O_4$

貯 法

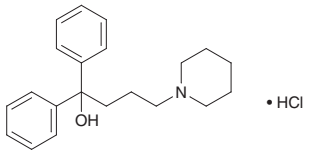
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ジフェニドール塩酸塩

Difenidol Hydrochloride

塩酸ジフェニドール



$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$：345.91

1,1-Diphenyl-4-piperidin-1-ylbutan-1-ol monohydrochloride

［*3254-89-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェニドール塩酸塩（$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 217 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硫酸 1 mL に溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．この液に注意して水 3 滴を加えるとき，液は帯黄褐色となり，更に水 10 mL を加えるとき，無色となる．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，クロロホルム 15 mL ずつで 2 回抽出する．抽出液を合わせ，水 10 mL ずつで 3 回洗った後，水浴上でクロロホルムを蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル，55 ℃）で 5 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 103 ～ 106 ℃ である．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH 〈*2.54*〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.7 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸 1,1-ジフェニル-4-ピペリジノ-1-ブテン 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸（100）混液（10：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，5 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

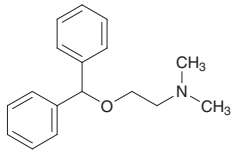
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，無水酢酸 30 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 17.30 mg $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



$C_{17}H_{21}NO$：255.35

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine ［*58-73-1*］

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は初め舌をやくようであり，後にわずかに舌を麻ひする．

本品は無水酢酸，酢酸（100），エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

沸点：約 162 ℃（減圧・0.67 kPa）．

屈折率　n_D^{20}：約 1.55

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品 0.05 g に硫酸 2 mL を加えるとき，直ちにだいだい赤色の沈殿を生じ，放置するとき，赤褐色に変わる．これに注意して水 2 mL を加えるとき，色の濃さは変わるが，色調は変化しない．

（2）　本品 0.1 g を希エタノール 10 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え，氷冷する．析出した結晶をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.013 ～ 1.020

純度試験

（1）　*β*-ジメチルアミノエタノール　本品 1.0 g をジエチルエーテル 20 mL に溶かし，水 10 mL ずつとよく振り混ぜて 2 回抽出する．水抽出液を合わせ，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 1.0 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　ベンズヒドロール　本品 1.0 g を分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル 20 mL に溶かし，薄めた塩酸（1 → 15）25 mL ずつでよく振り混ぜて 2 回抽出する．ジエチルエーテル層を分取し，水浴上で徐々に蒸発し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で 2 時間減圧乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

貯　法

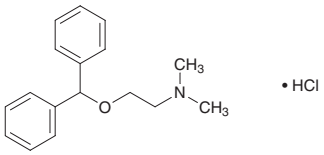
保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．

容　　器　気密容器．

ジフェンヒドラミン塩酸塩

Diphenhydramine Hydrochloride

塩酸ジフェンヒドラミン



$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$：291.82

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine monohydrochloride ［*147-24-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦く，舌を麻ひする．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　166 ～ 170 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水

(28) 混液 (10：4：2：1) の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5 % 以下 (2 g，105 ℃，3 時間)．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g)．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.18 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散

Diphenhydramine and Bromovalerylurea Powder
ジフェンヒドラミン・ワレリル尿素散

製 法

タンニン酸ジフェンヒドラミン	90 g
ブロモバレリル尿素	500 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性 状 本品はわずかに灰色を帯びた白色である．

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希塩酸 5 mL，エタノール (95) 1 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて抽出し，クロロホルム層を分取し，ブロモフェノールブルー試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する (タンニン酸ジフェンヒドラミン)．

(2) 本品 0.02 g にジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸留しジエチルエーテルを留去し，残留物を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 5 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱するとき，液は赤色を呈する (ブロモバレリル尿素)．

(3) 本品 0.3 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にブロムワレリル尿素 0.15 g 及びタンニン酸ジフェンヒドラミン 0.03 g をそれぞれメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (50：5：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液 (2) から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

貯 法 容 器 密閉容器．

ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製 法

ジフェンヒドラミン	20 g
フェノール・亜鉛華リニメント	980 g
全 量	1000 g

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は白色～類白色ののり状でわずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

(1) 本品は 3 g にヘキサン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，ヘキサン層を分取し，0.2 mol/L 塩酸 10 mL を加えてよく振り混ぜる．水層を分取し，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 4.6 に調整し，ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液 1 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する (ジフェンヒドラミン)．

(2) 本品 1 g を磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．更に残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄 (Ⅱ) 酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる (酸化亜鉛)．

(3) 本品 0.5 g に，水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にジフェンヒドラミン及びフェノール 0.01 g ずつをそれぞれクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う．試料溶液，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール (99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (50：5：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，ヨウ素を揮散させた薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液 (1) から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

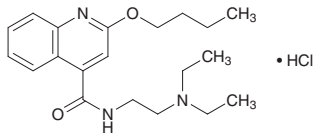
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器　気密容器.

ジブカイン塩酸塩

Dibucaine Hydrochloride
塩酸ジブカイン
塩酸シンコカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl：379.92
2-Butyloxy-*N*-(2-diethylaminoethyl)-4-quinolinccarboxamide monohydrochloride ［*61-12-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジブカイン塩酸塩（$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，エタノール（95）又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，無水酢酸に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である.

融　点〈*2.60*〉　95 ～ 100 ℃　本品を融点測定用毛細管に入れ，酸化リン（V）を乾燥剤とし，80 ℃ で 5 時間減圧乾燥し，直ちに融封して測定する.

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 430 nm における吸光度は 0.03 以下である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.30 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.056 % 以下）.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，5 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.00 mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器.

乾燥ジフテリアウマ抗毒素

Freeze-dried Diphtheria Antitoxin, Equine
乾燥ジフテリア抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品はウマ免疫グロブリン中のジフテリア抗毒素を含む.

本品は生物学的製剤基準の乾燥ジフテリアウマ抗毒素の条に適合する.

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる.

ジフテリアトキソイド

Diphtheria Toxoid

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含む液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準のジフテリアトキソイドの条に適合する.

性　状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である.

成人用沈降ジフテリアトキソイド

Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含み，それ以外の抗原性物質の含量の少ない液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である.

本品は生物学的製剤基準の成人用沈降ジフテリアトキソイドの条に適合する.

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフテリア破傷風混合トキソイド
Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準のジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

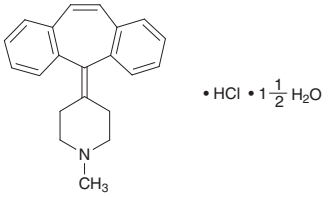
沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド
Adsorbed Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

シプロヘプタジン塩酸塩水和物
Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate
塩酸シプロヘプタジン
シプロヘプタジン塩酸塩



$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：350.88
4-(5*H*-Dibenzo[*a*, *d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate
[*41354-29-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロヘプタジン塩酸塩（$C_{21}H_{21}N \cdot HCl$：323.86）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし，この液 1 滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，うすい青色の蛍光を発する．

（2）　本品 0.1 g を分液漏斗に入れ，クロロホルム 5 mL に溶かし，水 4 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を別の分液漏斗にとり，水 4 mL を加え，振り混ぜて洗う．クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物に希エタノール 8 mL を加え，65 ℃ に加温して溶かした後，冷却しながらガラス棒で内壁をこすり，結晶が析出し始めてから 30 分間放置する．結晶をろ取し，80 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 111 ～ 115 ℃ である．

（3）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 2.0 g をメタノール 25 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 ～ 9.0 %（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，50 ℃ に加温して溶かす．冷後，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

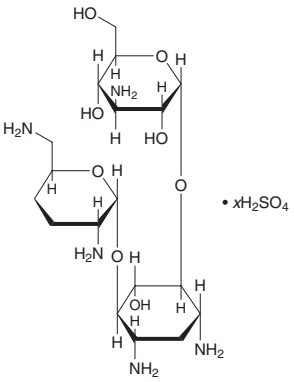
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.39 mg $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$

貯 法 容 器　密閉容器．

ジベカシン硫酸塩

Dibekacin Sulfate

硫酸ジベカシン



$C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate ［*58580-55-5*］

本品は，ベカナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 640 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジベカシン（$C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びジベカシン硫酸塩標準品 20 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/メタノール混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 50）5 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+96 ～ +106°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

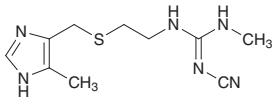
（iii）　標準溶液　ジベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

シメチジン

Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$：252.34

2-Cyano-1-methyl-3-{2-[(5-methyl-1*H*-imidazol-4-yl)methylsulfanyl]ethyl}guanidine ［*51481-61-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，シメチジン（$C_{10}H_{16}N_6S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100）0.1 mL にクエン酸・無水酢酸試液 5 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g に新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過した液の pH は 9.0 ～ 10.5 である．

融　点〈*2.60*〉　140 ～ 144 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすと

き，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（21：2：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これをヨウ素蒸気中に 45 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.24 g を精密に量り，酢酸（100）75 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 25.23 mg $C_{10}H_{16}N_6S$

貯 法

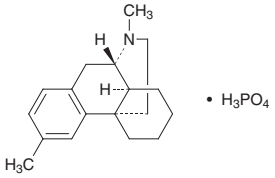
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ジメモルファンリン酸塩

Dimemorfan Phosphate

リン酸ジメモルファン



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$：353.39

(9*S*, 13*S*, 14*S*)-3, 17-Dimethylmorphinan monophosphate

［*36304-84-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジメモルファンリン酸塩（$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）2 mL に硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋25 ～ ＋27°（乾燥後，1 g，メタノール，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28）混液（150：150：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

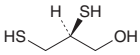
乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.34 mg $C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ジメルカプロール
Dimercaprol



及び鏡像異性体

$C_3H_8OS_2$：124.23
(2*RS*)-2,3-Disulfanylpropan-1-ol ［*59-52-9*］

本品は定量するとき，ジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は無色～微黄色の液で，メルカプタンようの不快なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）と混和する．

本品はラッカセイ油にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品 1 滴を塩化コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 200）1 滴及び水 5 mL の混液に加えるとき，液は黄褐色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.570 ～ 1.575

比　重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.238 ～ 1.248

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 mL をラッカセイ油 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　臭化物　本品 2.0 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 25 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 2 時間加熱した後，加温空気を送りながらエタノールを蒸発し，水 20 mL を加えて冷却する．これに過酸化水素（30）10 mL と水 40 mL の混液を加え，還流冷却器を付けて 10 分間穏やかに煮沸し，冷後，速やかにろ過する．残留物を水 10 mL で 2 回洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸 10 mL 及び 0.1 mol/L 硝酸銀液 5 mL を正確に加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．0.1 mol/L 硝酸銀液の消費量は 1.0 mL 以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.15 g を共栓フラスコに精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，直ちに 0.05 mol/L ヨウ素液で，液が微黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 6.211 mg $C_3H_8OS_2$

貯　法

保存条件　5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ジメルカプロール注射液
Dimercaprol Injection

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$：124.23）を含む．

製　法　本品は「ジメルカプロール」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「安息香酸ベンジル」又は「ベンジルアルコール」を加えることができる．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，不快なにおいがある．

確認試験　本品の表示量に従い「ジメルカプロール」30 mg に対応する容量をとり，「ジメルカプロール」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のジメルカプロール（$C_3H_8OS_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，フラスコに入れ，ピペットはメタノール/ジエチルエーテル混液（3：1）で数回洗い込み，更にメタノール/ジエチルエーテル混液（3：1）を加えて 50 mL とし，0.05 mol/L ヨウ素液で持続する黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

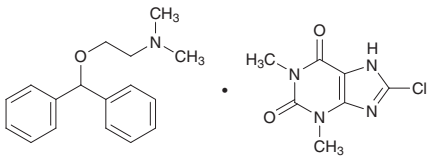
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 6.211 mg $C_3H_8OS_2$

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

ジメンヒドリナート
Dimenhydrinate



$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96
2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine — 8-chloro-1,3-dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione (1/1)
［*523-87-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$：255.35）53.0 ～ 55.5 % 及び 8-クロロテオフィリン（$C_7H_7ClN_4O_2$：214.61）44.0 ～ 47.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を希エタノール 30 mL に溶かし，水 30

mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 30 mL を分液漏斗に入れ，アンモニア水（28）2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 5 mL で洗った後ジエチルエーテル液を薄めた塩酸（1 → 100）15 mL で抽出する．水層を分取して検液とし，次の試験を行う．

（i） 検液 5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（ii） 検液 10 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，30 分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

（2）（1）の試料溶液 30 mL に希硫酸 2 mL を加え，30 分間冷却した後，器壁をしばしばこするとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷水少量で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 300 ～ 305 ℃（分解）である．

（3）（2）で得た沈殿 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，消える．

（4）（2）で得た沈殿 0.05 g をニッケルるつぼにとり，過酸化ナトリウム 0.5 g を加えてよく混ぜ，加熱して融解する．冷後，融解物を水 20 mL に溶かし，希硝酸を加えて酸性とするとき，液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉 102 ～ 107 ℃

純度試験

（1） 塩化物　定量法（2）で得たろ液 50 mL をネスラー管にとり，硝酸 1 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて 5 分間放置する（0.044 % 以下）．

（2） 臭化物又はヨウ化物　本品 0.10 g を共栓試験管にとり，亜硝酸ナトリウム 0.05 g，クロロホルム 10 mL 及び希塩酸 10 mL を加え，密栓してよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（3 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） ジフェンヒドラミン　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，250 mL の分液漏斗に入れ，水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び塩化ナトリウム 10 g を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 6 回振り混ぜて抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 50 mL ずつで 3 回洗い，ジエチルエーテル液に 0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え，更に水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテルを徐々に蒸発し，冷後，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

（2） 8-クロロテオフィリン　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，200 mL のメスフラスコに入れ，水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び硝酸アンモニウム溶液（1 → 10）6 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とし，沈殿が沈着するまで一夜放置し，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL を正確に量り，硝酸を滴加して酸性とし，更に硝酸 3 mL を追加し，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 21.46 mg $C_7H_7ClN_4O_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

ジメンヒドリナート錠

Dimenhydrinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するジメンヒドリナート（$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96）を含む．

製　法　本品は「ジメンヒドリナート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「ジメンヒドリナート」0.5 g に対応する量をとり，温エタノール（95）25 mL を加え，すり混ぜてろ過する．ろ液に水 40 mL を加えて再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 mL を分液漏斗に入れ，以下「ジメンヒドリナート」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の試料溶液 30 mL につき，「ジメンヒドリナート」の確認試験（2），（3）及び（4）を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ジメンヒドリナート（$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，フラスコに入れ，エタノール（95）40 mL を加え，水浴上で振り動かしながら沸騰するまで加熱する．30 秒間加熱を続けた後，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，温エタノール（95）でよく洗い，ろ液及び洗液をフラスコに入れ，水浴上で加熱し，エタノールを蒸発して 5 mL とする．次に水 50 mL，アンモニア試液 3 mL 及び硝酸アンモニウム溶液（1 → 10）6 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で 15 分間加熱する．これを 200 mL のメスフラスコに水で洗い込み，冷後，水を加えて 200 mL とし，以下「ジメンヒドリナート」の定量法（2）を準用する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL
＝ 47.00 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

次没食子酸ビスマス

Bismuth Subgallate

デルマトール

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス（Bi：208.98）47.0 ～ 51.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸，希硝酸又は希硫酸に温時溶け，また本品は水酸化ナトリウム試液に溶けて黄色澄明の液となり，その色は速やかに赤色に変わる．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を強熱するとき，炭化して最後に黄色の物質を残す．この残留物はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.5 g に水 25 mL 及び硫化水素試液 20 mL を加え，よく振り混ぜ，生じた黒褐色の沈殿をろ過して除き，ろ液に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青黒色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 8）40 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　硫酸塩　本品 3.0 g をるつぼにとり，強熱して得た残留物を注意しながら硝酸 2.5 mL に加温して溶かし，これを水 100 mL 中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発して 15 mL とし，水を加えて 20 mL とし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（3）　硝酸塩　本品 0.5 g に希硫酸 5 mL 及び硫酸鉄（Ⅱ）試液 25 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液 5 mL を硫酸上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈しない．

（4）　アンモニウム　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　銅　（2）の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 1 mL を加え，ろ過した液は青色を呈しない．

（6）　鉛　本品 1.0 g をるつぼにとり，約 500 ℃ で強熱し，残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし，小火炎を用いて蒸発乾固し，冷後，残留物に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加え，注意しながら 2 分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液 10 滴を加え，酢酸（100）を 1 滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない．

（7）　銀　（2）の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（8）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 1.0 g に薄めた酢酸（31）（1 → 2）40 mL を加えて 2 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じ，生じた沈殿をろ過し，水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は 5.0 mg 以下である．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.20 g を水酸化カルシウム 0.20 g とよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（10 ppm 以下）．

（10）　没食子酸　本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，約 500 ℃ で 30 分間加熱し，冷後，残留物に薄めた硝酸（2 → 5）5 mL を加え，加温して溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，水 200 mL を加え，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 4.180 mg Bi

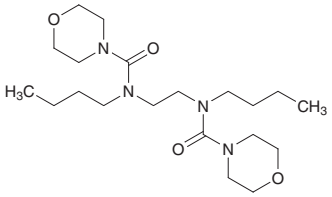
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54

N,*N*′-Ethylenebis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

［*119-48-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末，塊又は粘性の液である．

本品はエタノール（99.5）又は無水酢酸に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液は，無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 （1）の液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （1）の液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.096 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/水混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），8 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 39.85 mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジモルホラミン注射液

Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54）を含む．

製 法 本品は「ジモルホラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 5.5

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.1 g に対応する容量をとり，ドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する．

（2） 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」50 mg に対応する容量をとり，希塩酸 1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を塩酸 2 mL に溶かし，還流冷却器を付け，10 分間煮沸し，更に水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，アセトアルデヒド溶液（1 → 20）0.2 mL，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 0.1 mL 及び炭酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

エンドトキシン〈4.01〉 5.0 EU/mg 未満．ただし，エンドトキシン試験用水を用いて 0.15 w/v% に希釈して試験を行う．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無 菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）約 30 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ，試料溶液とする．別に定量用ジモルホラミンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 8 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジモルホラミン（$C_{20}H_{38}N_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ジモルホラミンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 25000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：216 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：ジモルホラミンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジモルホラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

臭化カリウム
Potassium Bromide

KBr：119.00

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化カリウム（KBr）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶，粒又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はグリセリンに溶けやすく，熱エタノール（95）にやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 3 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸 0.10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3）　塩化物　定量法において，本品 1 g に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀液の量は 84.5 mL 以下である．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6）　臭素酸塩　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし，ヨウ化カリウム試液 0.1 mL，デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 0.5 mL 及び硫酸カリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，混濁しない．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加えた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 11.90 mg KBr

貯 法 容 器　気密容器．

臭化ナトリウム
Sodium Bromide

NaBr：102.89

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化ナトリウム（NaBr）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすい．

本品は吸湿性であるが，潮解しない．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 3 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 0.10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である．

（3）　塩化物　定量法において，本品 1 g に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀液の量は 97.9 mL 以下である．

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5）　ヨウ化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない．

（6）　臭素酸塩　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，ヨウ化カリウム試液 2 滴，デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 3 滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 0.5 mL 及び硫酸カリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

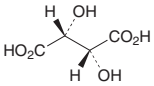
乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，希硝酸 10 mL を加え，更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加えた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 10.29 mg NaBr

貯 法 容 器　気密容器．

酒石酸
Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$：150.09
(2*R*,3*R*)−2,3−Dihydroxybutanedioic acid ［*87−69−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，酒石酸（$C_4H_6O_6$）99.7 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 10）は右旋性である．

確認試験

（1）　本品は徐々に加熱するとき，分解し，砂糖を焼くようなにおいを発する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）は青色リトマス紙を赤変し，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2）　シュウ酸塩　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩化カルシウム試液 2 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　カルシウム　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて中性とし，シュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（3 g，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，水 40 mL に溶かし，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 75.04 mg $C_4H_6O_6$

貯　法　**容　　器**　密閉容器．

硝酸銀
Silver Nitrate

$AgNO_3$：169.87

本品を乾燥したものは定量するとき，硝酸銀（$AgNO_3$）99.8 % 以上を含む．

性　状　本品は光沢のある無色又は白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に灰色〜灰黒色になる．

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　ビスマス，銅及び鉛　本品の水溶液（1 → 10）5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（2 g，シリカゲル，遮光，4 時間）．

定 量 法　本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
＝ 16.99 mg $AgNO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸銀点眼液
Silver Nitrate Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼液である．

本品は定量するとき，硝酸銀（$AgNO_3$：169.87）0.95 〜 1.05 w/v% を含む．

製　法

硝酸銀	10 g
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL 及び硝酸 2 mL を加え，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
＝ 16.99 mg $AgNO_3$

貯　法

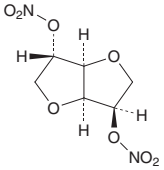
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸イソソルビド

Isosorbide Dinitrate

イソソルビド硝酸エステル



$C_6H_8N_2O_8$：236.14

1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol dinitrate ［*87-33-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに硝酸ようのにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンに極めて溶けやすく，クロロホルム又はトルエンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に水 1 mL を加え，注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ～ 10 分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

（2）　本品 0.1 g に薄めた硫酸（1 → 2）6 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液（1 → 30）1 mL を加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 10 mL を加え，水浴中で加熱するとき，だいだい色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+134 ～ +139°（脱水物に換算したもの 1 g，エタノール（95），100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.5 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 15 mL に溶かし，水 60 mL を加え，冷後，ろ過する．ろ紙は水 20 mL ずつで 3 回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて 150 mL とする．この液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　硝酸塩　本品 0.05 g をトルエン 30 mL に溶かし，水 20 mL ずつで 3 回抽出する．水層を合わせ，トルエン 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．硝酸標準液 5.0 mL 及び試料溶液 25 mL をそれぞれ別のネスラー管にとり，水を加えてそれぞれ 50 mL とし，グリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ，30 分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉のケルダールフラスコに入れ，メタノール 10 mL に溶かし，デバルダ合金 3 g 及び水 50 mL を加え，窒素定量法〈*1.08*〉の蒸留装置に連結する．受器には 0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に量り，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 5 滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）15 mL を加え，注意して水 20 mL で洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約 100 mL を得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 11.81 mg $C_6H_8N_2O_8$

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

イソソルビド硝酸エステル錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応する硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$：236.14）を含む．

製　法　本品は「硝酸イソソルビド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.1 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 50 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを注意して蒸発し，残留物に水 1 mL を加え，注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ～ 10 分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

純度試験　硝酸塩　本品を粉末とし，表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.05 g に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，トルエン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，水 20 mL ずつで 3 回抽出し，以下「硝酸イソソルビド」の純度試験（3）を準用する．

崩 壊 性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，舌下投与を行う製剤にあっては，試験時間は 2 分間とし，補助盤は用いない．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，酢酸（100）50 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝

酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 412 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

硝酸イソソルビド（$C_6H_8N_2O_8$）の量（mg）

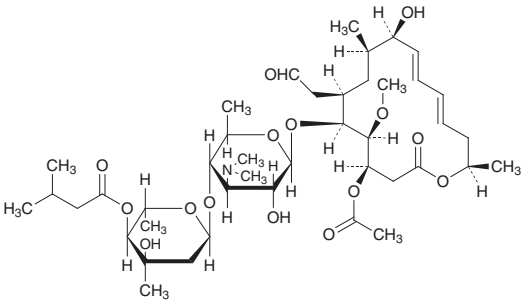
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/20) \times 1.1678$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

ジョサマイシン

Josamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-3-Acetoxy-5-[2, 6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide ［*16846-24-5*］

本品は，*Streptomyces narboensis var. josamyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1100 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシン標準品 5 mg ずつをメタノール 1 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液のジョサマイシンの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験（2）の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をメタノール 5 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシン以外のピークの量を求めるとき，それぞれ 6 % 以下であり，ジョサマイシン以外のピークの合計面積は 20 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：231 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 5 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物 119 g を水に溶かし，1000 mL とし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 2.5 に調整する．この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える．

流量：ジョサマイシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たジョサマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジョサマイシンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.05 g を pH 2.0 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL に溶かした後，40 ℃ で 3 時間放置する．この液に 2 mol/L の水酸化ナトリウム試液を加えて，pH を 6.8 ～ 7.2 とした後，メタノール 50 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシンのピークに対する相対保持時間約 0.9 に溶出するジョ

サマイシン S_1 との分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジョサマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

（iii） 標準溶液 ジョサマイシン標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 7.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法

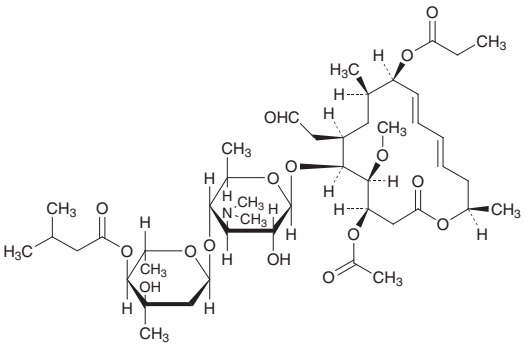
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ジョサマイシンプロピオン酸エステル

Josamycin Propionate

プロピオン酸ジョサマイシン



$C_{45}H_{73}NO_{16}$：884.06

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-3-Acetoxy-5-[2, 6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-9-propanonyloxyhexadeca-10, 12-dien-15-olide

［*16846-24-5*，ジョサマイシン］

本品は，ジョサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 843 ～ 1000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品及びジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品 5 mg ずつを，それぞれ薄めたアセトニトリル（1 → 2）50 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間は標準溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験（2）の試験条件を準用する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ 6 % 以下であり，ジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は 22 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：234 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：トリエチルアミン 10 mL に水を加えて 1000 mL とし，酢酸（100）を加えて pH 4.3 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．

流量：ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間が約 24 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶

液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：プロピオン酸ジョサマイシン 5 mg 及びジョサマイシン 2 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシン，ジョサマイシンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.9 ～ 8.1 とする．

（iii） 標準溶液 ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

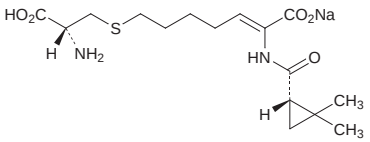
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

シラスタチンナトリウム

Cilastatin Sodium



$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43

Monosodium (2*Z*)-7-{[(2*R*)-2-amino-2-carboxyethyl]sulfanyl}-2-({[(1*S*)-2,2-dimethylcyclopropyl]carbonyl}amino)hept-2-enoate

[*81129-83-1*]

本品は定量するとき，換算した脱残留溶媒及び脱水物に対し，シラスタチンナトリウム（$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は，吸湿性である．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+ 41.5 ～ + 44.5°（脱残留溶媒及び脱水物換算したもの 0.1 g，塩酸のメタノール溶液（9 → 1000），10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL の混液に水を加えて 10 mL とした液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，炭化後加える硫酸の量は 0.5 mL とし，硝酸は加えない．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色になるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液と同様に操作する（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品約 40 mg を水 25 mL に溶かし，試

料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシラスタチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 1/6 より大きくない．また，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.5 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（7：3）

移動相 B：薄めたリン酸（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分 2.0 mL

面積測定範囲：40 分

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 30 mL とする．この液 20 μL から得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の 2.3 ～ 4.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約 20 分である．また，シラスタチンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，2.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.2 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．別にアセトン 2 mL，メタノール 0.5 mL 及び酸化メシチル 0.5 mL をそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Sa}，Q_{Tb} 及び Q_{Sb}，Q_{Tc} 及び Q_{Sc} を求める．次式によりアセトン，メタノール及び酸化メシチルの量を求めるとき，それぞれ 1.0 % 以下，0.5 % 以下及び 0.4 % 以下である．

アセトン（CH_3COCH_3）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times 400 \times 0.79$

メタノール（CH_3OH）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times 100 \times 0.79$

酸化メシチル（$CH_3COCH{=}C(CH_3)_2$）の量（%）

$= (1 / W_T) \times (Q_{Tc} / Q_{Sc}) \times 100 \times 0.86$

W_T：本品の秤取量（mg）

0.79：アセトン及びメタノールの密度（g/mL）

0.86：酸化メシチルの密度（g/mL）

内標準溶液　1-プロパノール 0.5 mL に水を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 2.1 m のガラス管に，250 ～ 420 μm のガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：内標準物質の保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：内標準物質の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，1-プロパノール，酸化メシチルの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積比の相対標準偏差は，各々 4.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，メタノール 30 mL に溶かし，水 5 mL を加える．この液に 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，pH 3.0 に調整し，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第 3 変曲点とし，第 1 変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 19.02 mg $C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

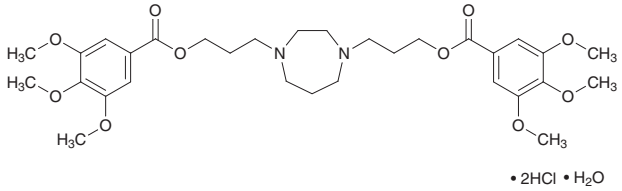
容　　器　気密容器．

ジラゼプ塩酸塩水和物

Dilazep Hydrochloride Hydrate

塩酸ジラゼプ

ジラゼプ塩酸塩



$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl・H_2O：695.63

3,3′-(1,4-Diazepane-1,4-diyl)dipropyl bis(3,4,5-trimethoxybenzoate) dihydrochloride monohydrate ［*20153-98-4*，無水物］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジラゼプ塩酸塩（$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl：677.61）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：200 ～ 204 ℃　110 ℃ の浴液中に挿入し，140 ～ 150 ℃ の間は 1 分間に約 3 ℃，160 ～ 195 ℃ の間は 1 分間に約 10 ℃，その後は 1 分間に約 1 ℃ 上昇するように加熱する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）0.1 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 0.1 mL を加え，70 ℃ の水浴中で 10 分間加温する．冷後，希塩酸 0.5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 500）5 mL にライネッケ塩試液 0.3 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.40 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/酢酸エチル/ジクロロメタン/塩酸混液（500：200：100：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これらに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 ～ 3.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で適定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

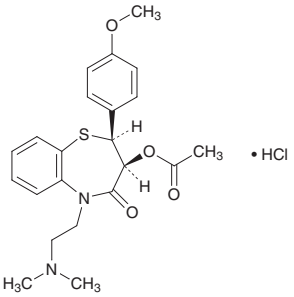
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 33.88 mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl

貯　法　容　器　気密容器．

ジルチアゼム塩酸塩

Diltiazem Hydrochloride

塩酸ジルチアゼム



$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl：450.98

(2*S*,3*S*)-5-[2-(Dimethylamino)ethyl]-2-(4-methoxyphenyl)-4-oxo-2,3,4,5-tetrahydro-1,5-benzothiazepin-3-yl acetate monohydrochloride ［*33286-22-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩（$C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，無水酢酸又はエタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.05 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 2 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2） 本品 0.03 g をとり，水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 2 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1741 cm^{-1}，1678 cm^{-1}，1252 cm^{-1} 及び 1025 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（5） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋115 ～ ＋120°（乾燥後，0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

融 点〈2.60〉 210 ～ 215 ℃（分解）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.3 ～ 5.3 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない（2 ppm 以下）．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液と同様に操作する．

（5） 類縁物質 本品 50 mg を薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 8 g 及び *d*−カンファスルホン酸 1.5 g を水 500 mL に溶かし，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．このろ液にアセトニトリル 250 mL 及びメタノール 250 mL を加えた後，酢酸ナトリウム三水和物を加えて pH を 6.6 に調整する．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，薄めたエタノール（99.5）（4 → 5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.03 g，*d*−3−ヒドロキシ−*cis*−2,3−ジヒドロ−5−[2−(ジメチルアミノ)エチル]−2−(4−メトキシフェニル)−1,5−ベンゾチアゼピン−4(5*H*)−オン塩酸塩（以下，脱アセチル体という）0.02 g 及び安息香酸フェニル 0.02 g をエタノール（99.5）160 mL に溶かし，更に水を加えて 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 2.0 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 45.10 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

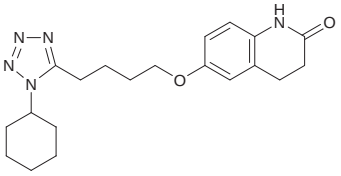
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

シロスタゾール

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46

6-[4-(1-Cyclohexyl-1*H*-tetrazol-5-yl)butyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

[*73963-72-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）98.5 ～ 101.5 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（99.5）又はアセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシロスタゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はシロスタゾール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　158 ～ 162 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品　2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液　2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロスタゾール以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 0.7 倍より大きくない．また，試料溶液のシロスタゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 1.2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸エチル/メタノール混液（10：9：1）

流量：シロスタゾールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシロスタゾールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液　1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たシロスタゾールのピーク面積が，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 1 mL を正確に量り，3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン 5 mg をアセトニトリル 10 mL に溶かした液 1 mL を加え，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，3,4-ジヒドロ-6-ヒドロキシ-2(1*H*)-キノリノン，シロスタゾールの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，シロスタゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにメタノールを加えて溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とする．これらの液 1 mL ずつをとり，それぞれにメタノールを加えて 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液（10：7：3）

流量：シロスタゾールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シロスタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

シロスタゾール錠
Cilostazol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46）を含む．

製 法 本品は「シロスタゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「シロスタゾール」50 mg に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加えてよくかき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品 25 mg をアセトン 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 6 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトニトリル/メタノール/ギ酸混液（75：25：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットはだいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加えて錠剤を崩壊させた後，50 mg 錠では内標準溶液 5 mL，100 mg 錠では内標準溶液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とし，50 mg 錠では 10 分間，100 mg 錠では 20 分間よく振り混ぜる．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 50 mg 錠では 10 mL，100 mg 錠では 20 mL とした後，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 50)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量（mg）

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠では 45 分後，100 mg 錠では 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）約 5.6 μg を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（3 → 1000）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 257 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 45 分間の溶出率は 75 % 以上，及び 100 mg 錠の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のシロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とし，10 分間よく振り混ぜる．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 10 mL とした後，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 1 mL をとり，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シロスタゾール（$C_{20}H_{27}N_5O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：シロスタゾール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 250）

試験条件
「シロスタゾール」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性
システムの性能は「シロスタゾール」の定量法のシステム適合性を準用する．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

常水
Water

H_2O：18.02

本品は，水道法第 4 条に基づく水質基準（平成 15 年厚生労働省令第 101 号）に適合するほか，次の試験に適合する．

純度試験 アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

精製水
Purified Water

本品は「常水」を超ろ過（逆浸透，限外ろ過），イオン交換，蒸留又はそれらの組み合わせにより精製した水である．本品を製造する場合には，微生物による汚染に注意を払う必要がある．

本品は精製した後，速やかに用いる．ただし，本品を適当な容器に入れ，微生物の増殖抑制が図られる場合，一定期間保存することができる．

性　状 本品は無色澄明の液で，におい及び味はない．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物 本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩 本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素 本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素 本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属 本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物 本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

貯　法

容　　器 気密容器．

滅菌精製水
Sterile Purified Water

本品は「精製水」を滅菌したものである．

性　状 本品は無色澄明の液で，におい及び味はない．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物 本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩 本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素 本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素 本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属 本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物 本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

無　菌〈*4.06*〉 本品 500 mL をとり，メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

貯　法

容　　器 密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することもできる．

注射用水
Water for Injection

本品は，「常水」又は「精製水」の蒸留，又は「精製水」の超ろ過（逆浸透膜，限外ろ過膜又はこれらの膜を組み合わせた製造システム）により製して注射剤の調製に用いるもの，又はこれを容器に入れて滅菌したものである．

本品を超ろ過法により製する場合，微生物による製造システムの汚染に特に注意し，蒸留により製したものと同等の品質をもつ必要がある．

本品を注射剤の調製に用いる場合，製造後，速やかに用いる．ただし，汚染を避け，かつ微生物の増殖が抑制されるシステムが構築されている場合，一定時間（期間）保存することができる．

本品を容器に入れて滅菌したものは，主として用時溶解又は懸濁して用いる注射剤の溶解剤に用いる．

本品を蒸留法により製した場合，その容器入り滅菌製品に対しては，別名として注射用蒸留水と表示することができる．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 20 mL に酸又はアルカリ試験用メチルレッド試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色～だいだい色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加えるとき，液は青色を呈しない．

（2） 塩化物　本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（3） 硫酸塩　本品 50 mL に塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（4） 硝酸性窒素　本品 2.0 mL を 50 mL のビーカーにとり，サリチル酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 1 mL，塩化ナトリウム溶液（1 → 500）1 mL 及びアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，硫酸 2 mL を加え，時々振り混ぜながら，10 分間放置し，水 10 mL を加え，ネスラー管に移す．冷後，徐々に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）10 mL を加え，更に水を加えて 25 mL とするとき，液は黄色を呈しない．

（5） 亜硝酸性窒素　本品 10 mL をネスラー管にとり，これにスルファニルアミドの希塩酸溶液（1 → 100）1 mL 及び *N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は微赤色を呈しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液 0.15 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（0.05 mg/L 以下）．

（7） 重金属　本品 40 mL に希酢酸 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は変化しない．

（8） 過マンガン酸カリウム還元性物質　本品 100 mL に希硫酸 10 mL を加えて煮沸し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL を加え，更に 10 分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

（9） 蒸発残留物　本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

ただし，超ろ過により製して注射剤の調製に用いるものについては（8）過マンガン酸カリウム還元性物質を次の（8）有機体炭素に代える．また，容器に入れて滅菌したものの（1）酸又はアルカリ，（2）塩化物，（6）アンモニウム及び（9）蒸発残留物は次の（1），（2），（6）及び（9）による．

（1） 酸又はアルカリ　本品 20 mL にフェノールレッド試液 0.05 mL 及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.13 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，30 秒間放置するとき，液は赤色を呈する．また，本品 20 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 0.13 mL を加え，穏やかに振り混ぜ，30 秒間放置するとき，液は黄色を呈する．

（2） 塩化物　本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合は，本品 15 mL をとり，これに希硝酸 2.0 mL を加えて検液とする．別に 0.001 mol/L 塩酸 0.20 mL をとり，水を加えて 15 mL とし，希硝酸 2.0 mL を加えて比較液とする．検液及び比較液に硝酸銀試液 0.30 mL ずつを加えて混和し，直射日光を避け，5 分間放置した後，黒色の背景を用い，混濁を比較するとき，検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない（0.00005 % 以下）．本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合は，本品 50 mL に硝酸 3 滴及び硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき，液は変化しない．

（6） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 30 mL を検液とし，試験を行う．比較液は本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合はアンモニウム標準液 0.6 mL に，また，本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合はアンモニウム標準液 0.3 mL にアンモニウム試験用精製水を加えて 30 mL とする（内容量 10 mL 以下の製剤 0.2 mg/L 以下，内容量 10 mL を超える製剤 0.1 mg/L 以下）．

（8） 有機体炭素〈*2.59*〉 試験を行うとき，有機体炭素は 0.50 mg/L 以下である．ただし，本試験は，超ろ過法により製して注射剤の調製に用いるものに適用する．

（9） 蒸発残留物　本品 100 mL を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，本品の内容量が 10 mL 以下の製剤の場合は，その残留物量が 4.0 mg 以下であり，本品の内容量が 10 mL を超える製剤の場合は 3.0 mg 以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.25 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉 試験を行うとき，適合する．ただし，本試験は容器入り滅菌製品に対して適用する．

貯　法　容　　器

（1） 注射剤の調製に用いるものは微生物などの汚染が避けられる適当な容器．

（2） 密封容器．ただし，容器入り滅菌製品に対して適用する．また，本品はプラスチック製水性注射剤容器を使用することもできる．

乾燥水酸化アルミニウムゲル
Dried Aluminum Hydroxide Gel

本品は定量するとき，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）50.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける．

確認試験　本品 0.2 g に希塩酸 20 mL を加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　液性　本品 1.0 g に水 25 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.284 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて 250 mL とし，遠心分離する．上澄液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4）　硝酸塩　本品 0.10 g に水 5 mL を加え，更に硫酸 5 mL を注意して加え，よく振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を層積するとき，その境界面に褐色の輪帯を生じない．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g に希塩酸 10 mL を加え，加熱して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 10 mL を蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.8 g に希硫酸 10 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

制 酸 力　本品約 0.2 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え，密栓して 37±2 ℃で 1 時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 50 mL を正確に量り，過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 250 mL 以上である．

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，塩酸 15 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 2.549 mg Al_2O_3

貯 法 容 器　気密容器．

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒
Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）47.0 % 以上を含む．

製　法　本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.2 g に希塩酸 20 mL を加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

制 酸 力　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する．ただし，本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 235 mL 以上である．

定 量 法　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 2.549 mg Al_2O_3

貯 法 容 器　気密容器．

水酸化カリウム
Potassium Hydroxide

KOH：56.11

本品は定量するとき，水酸化カリウム（KOH）85.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．

（2）　本品の水溶液（1 → 25）はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g を水に溶かし 100 mL とし，この液 25 mL に希硝酸 8 mL 及び水を加えて 50 mL

とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL を加える（0.050 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 7 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 7 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（4） ナトリウム 本品 0.10 g を希塩酸 10 mL に溶かし，この液につき炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（5） 炭酸カリウム 定量法で得た B（mL）から次の式によって計算するとき，炭酸カリウム（K_2CO_3：138.21）の量は 2.0 % 以下である．

炭酸カリウムの量（mg） = 138.21 × B

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，15℃ に冷却した後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉し，液の赤色が消えたときの 0.5 mol/L 硫酸の量を A（mL）とする．更にこの液にメチルオレンジ試液 2 滴を加え，再び 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの 0.5 mol/L 硫酸の量を B（mL）とする．（$A - B$）mL から水酸化カリウム（KOH）の量を求める．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 56.11 mg KOH

貯 法 容 器 気密容器．

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

$Ca(OH)_2$：74.09

本品は定量するとき，水酸化カルシウム〔$Ca(OH)_2$〕90.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けにくく，熱湯に極めて溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に溶ける．

本品は空気中で二酸化炭素を吸収する．

確認試験

（1） 本品に 3 ～ 4 倍量の水を加えるとき泥状となり，アルカリ性を呈する．

（2） 本品 1 g を希酢酸 30 mL に溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液は，カルシウム塩の定性反応〈1.09〉の（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5 g に水 100 mL を加え，かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸 1 mL を加える．この液を 5 分間煮沸し，冷後，質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 25 mg 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を希塩酸 10 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 40 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 20 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（3） マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希塩酸 10 mL を加えて溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで 600℃ で強熱するとき，その量は 24 mg 以下である．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.5 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 90 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.5 mL を加えて振り混ぜ，3 ～ 5 分間放置した後，NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 3.705 mg $Ca(OH)_2$

貯 法 容 器 気密容器．

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

NaOH：40.00

本品は定量するとき，水酸化ナトリウム（NaOH）95.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）はアルカリ性である．

（2） 本品の水溶液（1 → 25）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g を水に溶かし 100 mL と

し，この液 25 mL に希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL を加える（0.050 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 11 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 11 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（4） カリウム 本品 0.10 g を水に溶かし 40 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5.0 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム 9.5 mg を水に溶かし，1000 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（5） 炭酸ナトリウム 定量法で得た B（mL）から次の式によって計算するとき，炭酸ナトリウム（Na_2CO_3：105.99）の量は 2.0 % 以下である．

炭酸ナトリウムの量（mg） = 105.99 × B

（6） 水銀 本品 2.0 g に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）1 mL 及び水 30 mL を加えて溶かす，これに精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に薄めた硫酸（1 → 2）5 mL を加え，これに二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL をとり，過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）1 mL，水 30 mL 及び試料溶液の調製に使用した量の精製塩酸を加え，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度を A_S とするとき，A_T は A_S より小さい．

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り，新たに煮沸して冷却した水 40 mL を加えて溶かし，15 ℃ に冷却した後，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの 0.5 mol/L 硫酸の量を A（mL）とする．更にこの液にメチルオレンジ試液 2 滴を加え，再び 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの 0.5 mol/L 硫酸の量を B（mL）とする．（$A - B$）mL から水酸化ナトリウム（NaOH）の量を計算する．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 40.00 mg NaOH

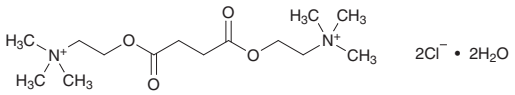
貯 法 容 器 気密容器．

スキサメトニウム塩化物水和物

Suxamethonium Chloride Hydrate

塩化スキサメトニウム

スキサメトニウム塩化物



$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$：397.34

2,2′-Succinyldioxybis(*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium) dichloride dihydrate ［*6101-15-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，スキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

融 点〈*2.60*〉 159 ～ 164 ℃（未乾燥）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，15 分間放置した後観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 8.0 ～ 10.0 %（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯 法 容 器 気密容器．

スキサメトニウム塩化物注射液

Suxamethonium Chloride Injection

塩化スキサメトニウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）の量で表示する．

製　法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 0.05 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

pH〈*2.54*〉　3.0 ～ 5.0

純度試験　加水分解物　定量法における初めの中和に消費する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の量は，スキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）200 mg につき 0.7 mL 以下である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，新たに煮沸して冷却した水 30 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 5 回洗う．全ジエチルエーテル洗液を合わせ，新たに煮沸して冷却した水 10 mL ずつで 2 回抽出する．この水抽出液を合わせ，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い，水層は初めの水溶液に合わせ，ブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和する．次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，還流冷却器を付けて 40 分間煮沸する．冷後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する．新たに煮沸して冷却した水 50 mL をフラスコに入れ，ブロモチモールブルー試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和する．以下同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯　法

保存条件　凍結を避け，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 12 箇月．

注射用スキサメトニウム塩化物

Suxamethonium Chloride for Injection

注射用塩化スキサメトニウム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31）を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物（$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$）の量で表示する．

製　法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 g に対応する量をとり，水に溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム 0.05 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「スキサメトニウム塩化物水和物」0.25 g に対応する量をとり，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の純度試験（2）を準用する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.5 g を精密に量り，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

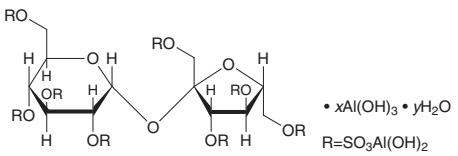
貯　法　容　　器　密封容器．

スクラルファート水和物

Sucralfate Hydrate

ショ糖硫酸エステルアルミニウム塩

スクラルファート



$C_{12}H_{30}Al_8O_{51}S_8 \cdot xAl(OH)_3 \cdot yH_2O$

［*54182-58-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アルミニウム（Al：26.98）17.0 ～ 21.0 % 及びショ糖オクタ硫酸エステル（$C_{12}H_{22}O_{35}S_8$：982.80）として 34.0 ～ 43.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，熱湯，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.05 g を小試験管にとり，ナトリウムの新しい切片 0.05 g を加え，注意しながら加熱融解し，直ちに水 100 mL の中に入れ，小試験管を割り，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 40 mg を希硫酸 2 mL に溶かし，アントロン試液 2 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面は青色を呈し，徐々に青緑色に変わる．

（3）　本品 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を希硫酸 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を希硝酸 30 mL に溶かし，沸騰するまで穏やかに加熱する．冷後，水を加えて 100 mL とし，この液 10 mL に希硝酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.50 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，塩化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 1 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに塩化ナトリウム溶液（1 → 5）20 mL，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　遊離アルミニウム　本品 3.0 g に水 50 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱し，冷後，ろ過し，残留物を水 5 mL ずつで 4 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸 2 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 50 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う（0.2 % 以下）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

（6）　類縁物質　定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液 50 μL につき，定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間が約 0.7 の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積を求めるとき，0.1 以下である．

検出感度：定量法（2）ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液 50 μL から得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの 60 ～ 100 % になるように調整する．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

制 酸 力　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，200 mL の共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え，密栓して 37±2 ℃ で正確に 1 時間振り混ぜ（振とう速度毎分 150 回，振幅 20 mm）た後，5 分間水冷する．上澄液 10 mL を正確に量り，過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．本品 1 g につき，0.1 mol/L 塩酸の消費量は 130 mL 以上である．

定 量 法

（1）　アルミニウム　本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）50 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 1.349 mg Al

（2）　ショ糖オクタ硫酸エステル　本品約 0.55 g を精密に量り，硫酸・水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，激しく振り混ぜた後，30 ℃ 以下に保ちながら 5 分間超音波を照射して溶かす．次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約 0.25 g を精密に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し，直ちに試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ショ糖オクタ硫酸エステル（$C_{12}H_{22}O_{35}S_8$）の量（mg）
　$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.7633$

W_S：脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス

管に約 8 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：硫酸アンモニウム適当量（26 ～ 132 g）を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH を 3.5 に調整する．硫酸アンモニウムの量は，ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液（1 → 100）を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，直ちに試験を行うとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約 0.7 の類縁物質のピークが，ほぼベースラインに戻り，かつ，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出する量とする．

流量：ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が 6 ～ 11 分になるように調整する．

カラムの選定：ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液（1 → 100）を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，直ちにこの液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約 0.7 の類縁物質の分離度が 1.5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

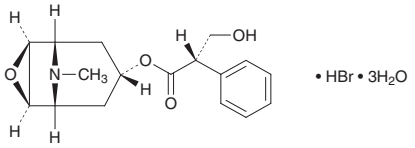
貯　法　容　　器　気密容器．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物

Scopolamine Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸スコポラミン

スコポラミン臭化水素酸塩



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$：438.31

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate

[*6533-68-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スコポラミン臭化水素酸塩（$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$：384.26）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 ～ 4 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－24.0 ～ －26.0°（乾燥後，0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　195 ～ 199 ℃（乾燥後，あらかじめ浴液を 180 ℃ に加熱しておく）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品 0.50 g を水 15 mL に溶かし，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　アポアトロピン　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.60 mL を加え，5 分間放置するとき，液の赤色は消えない．

（4）　類縁物質　本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液 1 mL にアンモニア試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（ii）　試料溶液 1 mL に水酸化カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる．

乾燥減量〈*2.41*〉　13.0 % 以下〔1.5 g，初めデシケーター（シリカゲル）で 24 時間，次に 105 ℃ で 3 時間乾燥する〕．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 38.43 mg $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ステアリルアルコール

Stearyl Alcohol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてステアリルアルコール（$C_{18}H_{38}O$：270.49）からなる．

性　状　本品は白色のろうよう物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融　点〈*1.13*〉　56 ～ 62 ℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約 17 mm，高さ約 170 mm の試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約 25 mm になるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水を入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より 5 ℃ 低い温度に達したとき，1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めな

くなったときの温度を融点とする．

酸　価〈*1.13*〉 1.0 以下．

エステル価〈*1.13*〉 3.0 以下．

水酸基価〈*1.13*〉 200 ～ 220

ヨウ素価〈*1.13*〉 2.0 以下．

純度試験

（1） 溶状　本品 3.0 g をエタノール（99.5）25 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2） アルカリ　（1）の液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸
Stearic Acid

本品は脂肪から製した固形の脂肪酸で，主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）からなる．

性　状　本品は白色のろう状あるいは結晶性の塊又は粉末で，わずかに脂肪のにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：56 ～ 72 ℃

酸　価〈*1.13*〉 194 ～ 210

ヨウ素価〈*1.13*〉 4.0 以下．

純度試験

（1） 鉱酸　本品 5 g を加温して融解し，熱湯 5 mL を加えて 2 分間振り混ぜ，冷後，ろ過し，ろ液にメチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 脂肪又はパラフィン　本品 1.0 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g 及び水 30 mL を加えて煮沸するとき，液は熱時，澄明か又は混濁することがあっても次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加える．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸カルシウム
Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のカルシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，カルシウム（Ca：40.08）6.4 ～ 7.1 % を含む．

性　状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな触感があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 g に薄めた塩酸（1 → 2）20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置する．分離した水層はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（2）及び（4）を呈する．

（2） （1）のジエチルエーテル層を分取し，希塩酸 20 mL，10 mL，次に水 20 mL を用いて順次洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は 54 ℃ 以上である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，2 分間加温し，冷後，ろ過し，水 15 mL で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，これに希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g に薄めた塩酸（1 → 2）5 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置して水層を分取し，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で 10 分間加温した後，温湯 10 mL，10 mL 及び 5 mL を用いてフラスコに移し入れ，次に液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え，更に 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL，エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルエロー試液 5 滴を加えた後，直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が消え，赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 2.004 mg Ca

貯　法　容　　器　密閉容器．

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のマグネシウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，マグネシウム（Mg：24.31）4.0 ～ 5.0 % を含む．

性　状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな感触があり，皮膚につきやすく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 5.0 g を丸底フラスコにとり，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL，希硝酸 20 mL 及び水 20 mL を加え，還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する．冷後，フラスコの内容物を分液漏斗に移し，振り混ぜた後，放置して水層を分取する．ジエチルエーテル層は水 4 mL で 2 回抽出し，抽出液を先の水層に合わせる．この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15 mL で洗った後，50 mL のメスフラスコに移し，水を加えて正確に 50 mL とした後，振り混ぜて試料溶液とする．この液はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　純度試験（5）において，試料溶液から得たステアリン酸及びパルミチン酸に相当するピークの保持時間は，システム適合性試験用溶液から得たステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間に等しい．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し，冷後，ろ過する．このろ液 10 mL にブロモチモールブルー試液 0.05 mL を加える．この液に 0.1 mol/L 塩酸又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を正確に加えるとき，液の色は変わる．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　確認試験（1）で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う．比較液には 0.02 mol/L 塩酸 1.40 mL を加える（0.10 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　確認試験（1）で得た試料溶液 10.0 mL につき試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 硫酸 10.2 mL を加える（1.0 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，初めは弱く加熱し，次に約 500±25℃ で強熱して灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，2 分間加温し，冷後，ろ過し，ろ紙を水 15 mL で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し，これに希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5）　ステアリン酸・パルミチン酸含量比　本品 0.10 g を正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ，溶けるまで約 10 分間加熱する．冷却器からヘプタン 4.0 mL を加え，約 10 分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層を，あらかじめヘプタンで洗った約 0.1 g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液 1.0 mL を 10 mL のメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて正確に 10 mL とし，振り混ぜ，試料溶液とする．試料溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積 A 及び得られたすべての脂肪酸エステルのピーク面積 B（検出したすべてのピークの面積）を測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率（%）を次式により計算する．

ステアリン酸の比率（%）＝（A / B）× 100

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の比率（%）を計算する．ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルの合計ピーク面積は，クロマトグラムで得られたすべての脂肪酸エステルのピークの合計面積の，それぞれ 40 % 以上及び 90 % 以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m の石英製カラムの内面に厚さ 0.5 μm でガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15000−ジエポキシドを被覆したもの．

カラム温度：試料注入後 2 分間 70 ℃ に保ち，その後，毎分 5 ℃ の速度で 240 ℃ まで上昇させた後，この温度を 5 分間維持する．

注入口温度：220 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：260 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ステアリン酸メチルの保持時間が約 32 分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

面積測定範囲：溶媒のピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：デシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥したガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ 50 mg を正確に量り，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ，以下，試料溶液と同様に操作し，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，ヘプタンを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 μL から得たステアリン酸メチルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルミチン酸メチル，ステアリン酸メチルの順に溶出し，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間比は約 0.86 で，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，パルミチン

酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は 6.0 % 以下である．また，この繰り返しで得られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（2 g，105 ℃ 恒量）．

微生物限度〈*4.05*〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 500 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．

定 量 法 本品を乾燥し，約 0.5 g を精密に量り，250 mL のフラスコにとり，これにエタノール（99.5）/1-ブタノール混液（1：1）50 mL，アンモニア水（28）5 mL，pH 10 の塩化アンモニウム緩衝液 3 mL，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30.0 mL 及びエリオクロムブラック T 試液 1 ～ 2 滴を加え，振り混ぜる．この液が澄明となるまで 45 ～ 50 ℃ で加熱し，冷後，過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.1 mol/L 硫酸亜鉛液で液が青色から紫色に変わるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.431 mg Mg

貯 法 容 器 気密容器．

ステアリン酸ポリオキシル 40

Polyoxyl 40 Stearate

ポリオキシル 40 モノステアリン酸エステル

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで，$H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$ で表され，n は約 40 である．

性 状 本品は白色～淡黄色のろうようの塊又は粉末で，においはないか，又はわずかに脂肪ようのにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

凝 固 点〈*2.42*〉 39.0 ～ 44.0 ℃

脂肪酸の凝固点〈*1.13*〉 53 ℃以上．

酸 価〈*1.13*〉 1 以下．

けん化価〈*1.13*〉 25 ～ 35

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.67 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（3 ppm 以下）．

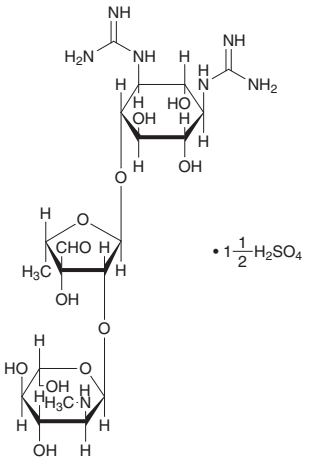
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate

硫酸ストレプトマイシン



$C_{21}H_{39}N_7O_{12} \cdot 1\frac{1}{2}H_2SO_4$：728.69

2-Deoxy-2-methylamino-α-L-glucopyranosyl-(1→2)-5-deoxy-3-*C*-formyl-α-L-lyxofuranosyl-(1→4)-*N*,*N*′-diamidino-D-streptamine sesquisulfate ［*3810-74-0*］

本品は，*Streptomyces griseus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 740 ～ 820 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ストレプトマイシン（$C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 50 mg を水 5 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL 及びピリジン 0.5 mL を加え，10 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品 10 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（7 → 100）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1,3-ジヒドロキシナフタレンのエタノール（95）溶液（1 → 500）/薄めた硫酸（1 → 5）混液（1：1）を均等に噴霧した後，約 150 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットは同様の色調を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 5）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−79 ～ −88°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）に溶かして 5 mL とし，還流冷却器を付けて 1 時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール/硫酸混液（97：3）適量で洗い，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に D-マンノース 36 mg を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）に溶かして 5 mL とし，還流冷却器を付けて 1 時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール/硫酸混液（97：3）適量で洗い，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/硫酸混液（97：3）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸（100）混液（2：1：1）を展開溶媒として 13 ～ 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 1,3-ジヒドロキシナフタレンのエタノール（95）溶液（1 → 500）/薄めた硫酸（1 → 5）混液（1：1）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

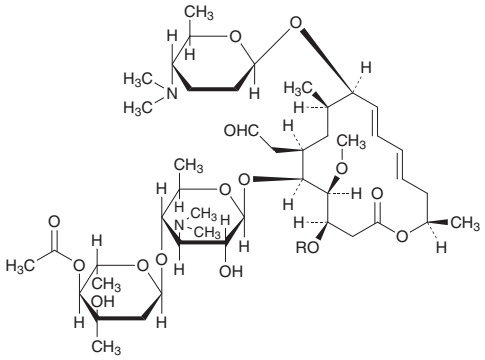
（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

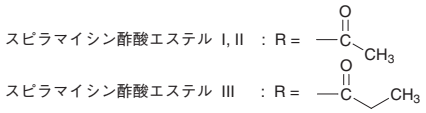
貯 法 容 器 気密容器．

スピラマイシン酢酸エステル

Acetylspiramycin

アセチルスピラマイシン





（スピラマイシン酢酸エステルⅠ，Ⅱ）

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2, 3, 4, 6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide

（スピラマイシン酢酸エステルⅢ）

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[4-*O*-Acetyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2, 3, 4, 6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10, 12-dien-15-olide

［*74014-51-0*，スピラマイシン酢酸エステル］

本品は，*Streptomyces ambofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1450 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スピラマイシン酢酸エステルⅡ（$C_{47}H_{78}N_2O_{16}$：927.13）としての量をスピラマイシン酢酸エステル質量（力価）で示し，スピラマイシン酢酸エステル 1 mg（力価）はスピラマイシン酢酸エステルⅡ（$C_{47}H_{78}N_2O_{16}$）0.7225 mg に対応する．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認

める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

成分含量比 本品 25 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，スピラマイシン酢酸エステルⅡ，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのピーク面積 A_{II}，A_{III}，A_{IV}，A_{V}，A_{VI} 及び A_{VII} を自動積分法により測定し，これらのピーク面積の和に対する A_{II}，A_{IV} 及び A_{III} と A_{V} の和の割合を求めるとき，A_{II} は 30 ～ 45 %，A_{IV} は 30 ～ 45 %，A_{III} と A_{V} の和は 25 % 以下である．ただし，スピラマイシン酢酸エステルⅢ，スピラマイシン酢酸エステルⅣ，スピラマイシン酢酸エステルⅤ，スピラマイシン酢酸エステルⅥ及びスピラマイシン酢酸エステルⅦのスピラマイシン酢酸エステルⅡに対する相対保持時間はそれぞれ 1.3，1.7，2.3，0.85 及び 1.4 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：231 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/リン酸水素二カリウム溶液（87 → 25000）混液（26：7：7）

流量：スピラマイシン酢酸エステルⅡの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品 25 mg を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 14500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スピラマイシン酢酸エステルⅡのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

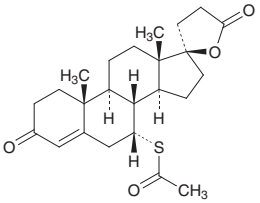
（iii） 標準溶液 スピラマイシン酢酸エステルⅡ標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 20 mL に溶かし，更に，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH8.0の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 20 mL に溶かし，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

スピロノラクトン

Spironolactone



$C_{24}H_{32}O_4S$：416.57

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21,17β-carbolactone ［*52-01-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スピロノラクトン（$C_{24}H_{32}O_4S$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：198 ～ 207 ℃ 125 ℃ の浴液中に挿入し，140 ～ 185 ℃ の間は 1 分間に約 10 ℃，その前後は 1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスピロノラクトン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペ

クトルに差を認めるときは，本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：−33 ～ −37°（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，200 mm）．

純度試験

（1） メルカプト化合物　本品 2.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 10 mL にデンプン試液 1 mL 及び 0.01 mol/L ヨウ素液 0.05 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸 *n*−ブチルを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のメタノール溶液（1 → 10）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びスピロノラクトン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 238 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スピロノラクトン（$C_{24}H_{32}O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

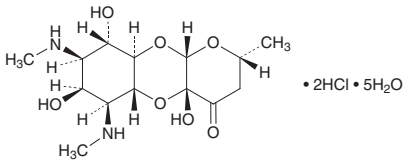
W_S：スピロノラクトン標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器　気密容器．

スペクチノマイシン塩酸塩水和物

Spectinomycin Hydrochloride Hydrate

塩酸スペクチノマイシン



$C_{14}H_{24}N_2O_7$・2HCl・$5H_2O$：495.35

(2*R*,4a*R*,5a*R*,6*S*,7*S*,8*R*,9*S*,9a*R*,10a*S*)−4a,7,9−Trihydroxy−2−methyl−6,8−bis(methylamino)−2,3,4a,5a,6,7,8,9,9a,10a−decahydro−4*H*−pyrano[2,3−*b*][1,4]benzodioxin−4−one dihydrochloride pentahydrate　[*22189−32−8*]

本品は，*Streptomyces spectabilis* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，1 mg 当たり 603 ～ 713 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スペクチノマイシン（$C_{14}H_{24}N_2O_7$：332.35）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にアントロン試液を穏やかに加えるとき，接界面は，青色～青緑色を呈する．

（2） 本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 150）3 mL に硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+15 ～ +21°（脱水物に換算したもの 2.1 g，水，25 mL，200 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～5.6 である．

水　分〈2.48〉 16.0 ～ 20.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031 を用いる．

（ii） 培地　培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，pH は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液　スペクチノマイシン塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 200 μg（力価）及び 50 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

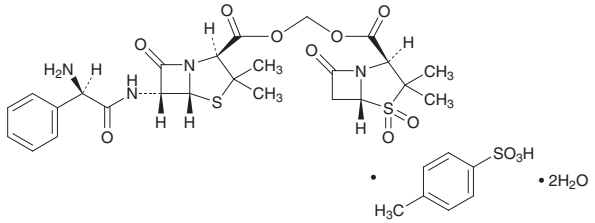
貯 法 容 器　気密容器．

スルタミシリントシル酸塩水和物

Sultamicillin Tosilate Hydrate

スルタミシリントシル酸塩

トシル酸スルタミシリン



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S \cdot 2H_2O$：802.89

(2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monotosylate dihydrate

[*83105-70-8*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり，698 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価はスルタミシリン（$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66）としての量を質量（力価）で示す．

性 状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルタミシリントシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+173 ～ +187°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水/アセトニトリル混液（3：2），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） アンピシリン　本操作は速やかに行う．本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンピシリンのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g に水約 750 mL を加えて溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を用いて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 80 mL に加え，1000 mL とする．

流量：アンピシリンの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンピシリン標準品 12 mg，スルバクタム標準品 4 mg 及び *p*-トルエンスルホン酸一水和物 4 mg を移動相 1000 mL に溶かす．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，*p*-トルエンスルホン酸，アンピシリンの順に溶出し，それぞれの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） スルバクタム　本操作はすみやかに行う．本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

（5） ペニシロ酸　本品約 25 mg を精密に量り，100 mL の共栓フラスコに入れ，アセトニトリル 1 mL に溶かし，pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 25 mL を加える．この液に 0.005 mol/L ヨウ素液 5 mL を正確に加え，密栓して 5 分間放置した後，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1.0 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸（$C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69）の量は 3.0 % 以下である．

0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 0.2585 mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

（6） 残留溶媒〈*2.46*〉 本品約 0.1 g を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かし，更に水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸エチル約 1 g を精密に量り，

水を混和し，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール 10 mL を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

酢酸エチルの量（%）$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：酢酸エチルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径 3 mm，長さ 1 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン−ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 8.5 nm，比表面積 300 ～ 400 m^2/g）を充てんする．
カラム温度：155 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸エチルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 500 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

水　分〈2.48〉 4.0 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は速やかに行う．本品及びスルタミシリントシル酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルタミシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スルタミシリン（$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4−アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液（1 → 2500）

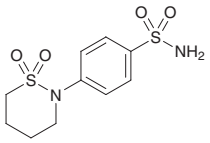
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）
カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g に水約 750 mL を加えて溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 400 mL に加えて 1000 mL とする．
流量：スルタミシリンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，*p*−トルエンスルホン酸，スルタミシリン，内標準物質の順に溶出し，それぞれの分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

スルチアム

Sultiame



$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$：290.36
4−(3,4,5,6−Tetrahydro−2*H*−1,2−thiazin−2−yl)benzenesulfonamide *S*,*S*−dioxide ［*61−56−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルチアム（$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，*n*−ブチルアミンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*−ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2） 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム十水和物 0.5 g を混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 10 mL を加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液 4 mL に過酸化水素（30）2 滴，薄めた塩酸（1 → 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，

両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 185 ～ 188 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，酢酸（100）2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL，酢酸（100）0.8 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸 8 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL，希塩酸 4.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にスルファニルアミド 10 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（30：8：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

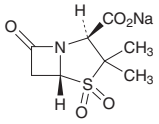
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし，0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 58.07 mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



$C_8H_{10}NNaO_5S$：255.22

Monosodium (2*S*,5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide

[*69388-84-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，スルバクタム（$C_8H_{11}NO_5S$：233.24）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+219 ～ +233°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 7.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） スルバクタムペニシラミン　本品約 0.2 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約 40 mg を精密に量り，水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，室温で 10 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え，更に移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法で測定するとき，スルバクタムペニシラミンの量は 1.0 % 以下である．

スルバクタムペニシラミンの量（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びスルバクタム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

スルバクタム（$C_8H_{11}NO_5S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：スルバクタム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（7 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 750 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 250 mL を加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

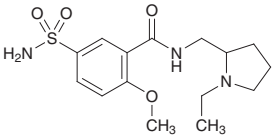
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容　器 気密容器．

スルピリド

Sulpiride



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

N-(1-Ethylpyrrolidin-2-ylmethyl)-2-methoxy-5-sulfamoylbenzamide ［*15676-16-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又は希酢酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は，旋光性を示さない．

融点：約 178 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.0 g を希酢酸 7 mL に溶かし，水を加えて 20 mL とするとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.020 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以

下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.14 mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$

貯 法 容 器 密閉容器．

スルピリドカプセル

Sulpiride Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43）を含む．

製 法 本品は「スルピリド」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 硫酸試液 30 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 1 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

スルピリド錠

Sulpiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43）を含む．

製 法 本品は「スルピリド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 硫酸試液 30 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 1 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50)$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠は 30 分後，100 mg 錠及び 200 mg 錠は 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 56 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 30 分間の溶出率は 80 % 以上，100 mg 錠及び 200 mg 錠の 45 分間の溶出率はそれぞれ 75 % 以上及び 70 % 以上である．

スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）
C：1 錠中のスルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

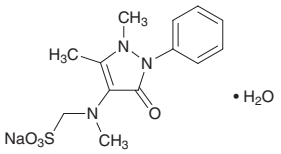
スルピリド（$C_{15}H_{23}N_3O_4S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：定量用スルピリドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

スルピリン水和物

Sulpyrine Hydrate
スルピリン



$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35
Monosodium［(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-4-yl)(methyl)amino］methanesulfonate monohydrate
［*5907-38-0*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，スルピリン（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$：333.34）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 15）3 mL に希硫酸 2 滴及びサラシ粉試液 1 mL を加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 25）5 mL に希塩酸 3 mL を加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状及び液性 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.20 g を 0.05 mol/L 塩酸に溶かして 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に 0.05 mol/L 塩酸を加えて 50 mL とする（0.120 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） メルブリン 本品 0.10 g に水 2 mL 及び希硫酸 1 mL を加え，漏斗で覆い，穏やかに 15 分間煮沸する．冷後，酢酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 2）2 mL 及び水を加えて 5 mL とし，ベンズアルデヒド飽和溶液 5 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は澄明である．

（5） クロロホルム可溶物 本品 1.0 g にクロロホルム 10 mL を加え，30 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．沈殿は更にクロロホルム 5 mL ずつで 2 回洗う．ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，10 ℃ 以下に冷却した薄めた塩酸（1 → 20）100 mL を加えて溶かし，5 ～ 10 ℃ に保ちながら直ちに 0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は 0.05 mol/L ヨウ素液を滴加後，1 分間強く振り混ぜても脱色しない青色を呈するときとする（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 16.67 mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

スルピリン注射液

Sulpyrine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35）を含む．

製 法 本品は「スルピリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：5.0 ～ 8.5

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2 g に対応する容量をとり，水を加えて 3 mL とする．この液に希硫酸 2 滴及びサラシ粉試液 1 mL を加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2） 本品の表示量に従い「スルピリン水和物」0.2 g に対

応する容量をとり，水を加えて 5 mL とする．この液に希塩酸 3 mL を加えて煮沸するとき，初め二酸化イオウのにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液のスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$）約 50 mg に対応する容量 VmL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用スルピリン（別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，エタノール（95）5 mL，4-ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール（95）溶液（1 → 250）2 mL 及び酢酸（100）2 mL ずつを加え，よく振り混ぜて 15 分間放置した後，水を加えて 25 mL とする．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 mL 中のスルピリン水和物（$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$）の量(mg)

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (50 / V) \times 1.0540$

W_S：乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量（mg）

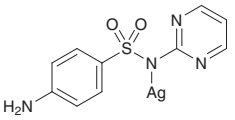
貯 法

保存条件 遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

スルファジアジン銀

Sulfadiazine Silver



$C_{10}H_9AgN_4O_2S$：357.14

Monosilver 4-amino-*N*-(pyrimidin-2-yl)benzenesulfonamidate ［*22199-08-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファジアジン銀（$C_{10}H_9AgN_4O_2S$）99.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスルファジアジン銀標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 硝酸塩 本品 1.0 g を水 250 mL に加え，50 分間振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウム 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 2000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2.0 mL ずつを正確に量り，クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液（1 → 10000）5 mL 及び硫酸を加えて正確に 10 mL とする．別に水 2.0 mL を正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない（0.05 % 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg をエタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（3：2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（10：5：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得た主スポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 41 ～ 45 %（1 g）．

銀 含 量 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，硝酸 2 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用銀標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に銀（Ag：107.87）1.0 ～ 2.0 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて銀含量を定量するとき，28.7 ～ 30.8 % である．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銀中空陰極ランプ

波長：328.1 nm

定 量 法 本品及びスルファジアジン銀標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，アンモニア試液に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 1 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，アンモニア試液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とした液を対照

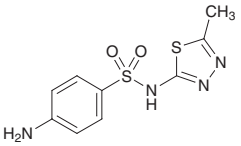
とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルファジアジン銀（$C_{10}H_9AgN_4O_2S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：スルファジアジン銀標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

スルファメチゾール
Sulfamethizole



$C_9H_{10}N_4O_2S_2$：270.33
4-Amino-*N*-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)benzenesulfonamide　［*144-82-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメチゾール（$C_9H_{10}N_4O_2S_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．
本品はエタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．
本品は光によって徐々に着色する．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　208 ～ 211 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．
（3）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（4）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（5）　類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）混液（20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

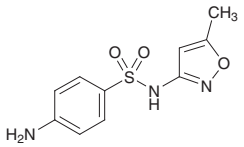
強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.03 mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

スルファメトキサゾール
Sulfamethoxazole
スルフイソメゾール



$C_{10}H_{11}N_3O_3S$：253.28
4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide
［*723-46-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメトキサゾール（$C_{10}H_{11}N_3O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．
本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．
本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．
本品は光によって徐々に着色する．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　169 ～ 172 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加熱した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.20 g をアンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 50）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトニトリル/薄めたアンモニア水（28）（7 → 100）混液（10：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，水 10 mL を加えた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールフタレイン試液 0.5 mL）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に水 26 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 25.33 mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

貯 法

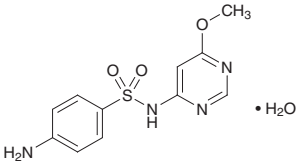
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

スルファモノメトキシン水和物

Sulfamonomethoxine Hydrate

スルファモノメトキシン



$C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$：298.32

4-Amino-*N*-(6-methoxypyrimidin-4-yl)benzenesulfonamide monohydrate ［*1220-83-3*，無水物］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファモノメトキシン（$C_{11}H_{12}N_4O_3S$：280.30）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはない．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 204 ～ 206 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，加熱するとき，白濁を生じない．冷後，更にアセトン 5 mL を加えるとき，液は澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.02 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得られた主スポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.5 ～ 6.5 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 28.03 mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

貯 法

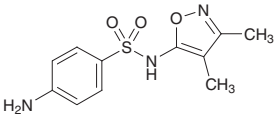
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

スルフイソキサゾール

Sulfisoxazole

スルファフラゾール



$C_{11}H_{13}N_3O_3S$：267.30

4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-5-yl)benzenesulfonamide ［*127-69-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフイソキサゾール（$C_{11}H_{13}N_3O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はピリジン又は *n*-ブチルアミンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は青緑色を呈する．

（3）　本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜる．更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡黄褐色を呈する．

（4）　本品 0.5 g に酢酸（100）2 mL を加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かし，無水酢酸 1 mL を加えて 10 分間煮沸する．これに水 10 mL を加えて冷却した後，更に水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）約 7 mL を加えてアルカリ性とし，必要ならばろ過する．この液に直ちに酢酸（100）を滴加して酸性とし，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 208 ～ 210 ℃ である．

融　点〈*2.60*〉　192 ～ 196 ℃（分解）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加熱した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，メタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．別にメタノール 50 mL に水 18 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 53.46 mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

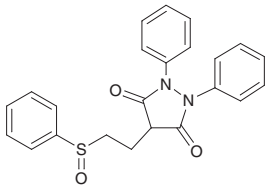
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

スルフィンピラゾン

Sulfinpyrazone



$C_{23}H_{20}N_2O_3S$：404.48

1,2-Diphenyl-4-[2-(phenylsulfinyl)ethyl]pyrazolidine-3,5-dione ［*57-96-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はアセトン又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 138 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg を酢酸（100）1 mL に溶かし，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2）　本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルフィンピラゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g をアセトン 10 mL に溶かすとき，

液は無色澄明である．また，本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．更に試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板に，窒素気流下で速やかにスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外の最も濃いスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，アセトン 40 mL に溶かし，水 40 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 40.45 mg $C_{23}H_{20}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器．

スルフィンピラゾン錠
Sulfinpyrazone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するスルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$：404.48）を含む．

製 法 本品は「スルフィンピラゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「スルフィンピラゾン」2 mg に対応する量をとり，酢酸（100）1 mL を加えて振り混ぜた後，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性 別に規定する．

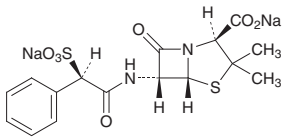
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 50 mL を加えて振り混ぜ，冷後，水を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にスルフィンピラゾン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 25 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

スルフィンピラゾン（$C_{23}H_{20}N_2O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：スルフィンピラゾン標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 密閉容器．

スルベニシリンナトリウム
Sulbenicillin Sodium



$C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$：458.42
Disodium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate [*28002-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，スルベニシリン（$C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$：414.45）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスルベニシリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+167 ～ +182°（脱水物に換算したもの 1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 2.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 15 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，スルベニシリンの 2 つのピーク以外のピークの量は 2.0 % 以下である．また，スルベニシリンの 2 つのピーク以外のピークの合計は 5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 10 g を水 750 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液で pH 6.0±0.1 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 940 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．

流量：スルベニシリンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルベニシリンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間の 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL から得たスルベニシリンの 2 つのピークの合計面積が，システム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの 2 つのピークの合計面積の 7 ～ 13 % であることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，スルベニシリンの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルベニシリンの 2 つのピークの和の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.4 ～ 6.6 とする．

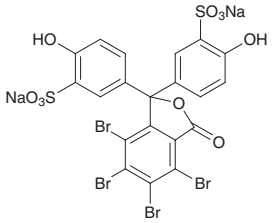
（iii） 標準溶液 スルベニシリンナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は凍結して保存し，4 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 10 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 10 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 密封容器．

スルホブロモフタレインナトリウム

Sulfobromophthalein Sodium



$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00

Disodium 5,5′-(4,5,6,7-tetrabromo-3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

［*71-67-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液は青紫色を呈し，これに希塩酸 1 mL を加えるとき，液の色は消える．

（2） 本品 0.2 g を磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜた後，強熱して炭化し，冷後，残留物に熱湯 15 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱した後，ろ過する．ろ液に塩酸を加え，わずかに酸性とした液は，臭化物の定性反応〈1.09〉並びに硫酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える（0.002 % 以下）．

（3） 硫酸塩 本品の水溶液（1 → 500）10 mL に希塩酸

5 滴を加え，沸騰するまで加熱し，これに熱塩化バリウム試液 1 mL を加え，1 分間後に観察するとき，液は澄明である．

（4） カルシウム　本品約 5 g を精密に量り，磁製皿に入れ，弱く加熱して炭化した後，700 ～ 750 ℃ に強熱して炭化する．冷後，希塩酸 10 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱した後，内容物を 50 mL の水を用いてフラスコに移し，8 mol/L 水酸化カリウム試液 5 mL 及び NN指示薬 0.1 g を加えた後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 0.4008 mg Ca

カルシウム（Ca：40.08）の量は 0.05 % 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 0.65 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，炭化物が残るときは更に少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，希硫酸 10 mL を加えて白煙が発生するまで加熱し，冷後，残留物に水 5 mL を加える．これを検液とし，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 14 ～ 19 %（乾燥後，0.5g，700 ～ 750 ℃）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 580 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）の量（mg）
　= $(A / 881) \times 200000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

スルホブロモフタレインナトリウム注射液
Sulfobromophthalein Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するスルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00）を含む．

製　法　本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：5.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02 g に対応する容量をとり，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1 g に対応する容量をとり，無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて水浴上で蒸発乾固し，更に強熱して炭化し，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験（2）を準用する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉 本品の表示量に従い，生理食塩液を加えて 0.5 w/v% 溶液とし，ウサギの体重 1 kg につき，この液 5 mL を注射し，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のスルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 500 mL とする．以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の定量法を準用する．

スルホブロモフタレインナトリウム（$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$）の量（mg）
　= $(A / 881) \times 200000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

血清性性腺刺激ホルモン
Serum Gonadotrophin

本品は健康な妊馬の血清について適切なウイルス検査を行い，ウイルスを除去又は不活性化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は 1 mg 中 2000 血清性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．

本品は定量するとき，表示単位の 80 ～ 125 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得た Y_3 及び Y_4 につき，次の式によって b を計算するとき，b は 120 以上である．

$$b = E / I$$

$$E = (Y_3 - Y_4) / f$$

f：1 群の試験動物の数

$$I = \log (T_H / T_L)$$

純度試験　溶状　本品の表示単位に従い，1 mL 中 9000 単位を含むように生理食塩液を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.1 EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品に生理食塩液を加えて 5 mL 中に 4000 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約

350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比 活 性 本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の血清性性腺刺激ホルモンを含む．

（i） 標準溶液 ウシ血清アルブミン約 3 mg を量り，水を加え，その 1 mL 中に 500 μg を含むように溶かす．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 200 μg，150 μg，100 μg 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（ii） 試料溶液 本品約 1 mg を量り，水を加え，その 1 mL 中に正確に 180 μg を含むように溶かし，試料溶液とする．

（iii） 炭酸ナトリウム溶液 炭酸ナトリウム（標準試薬）2 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．

（iv） 酒石酸ナトリウム溶液 酒石酸ナトリウム二水和物約 1 g に水を加えて 100 mL とする．

（v） 硫酸銅溶液 硫酸銅（Ⅱ）五水和物 0.5 g に（iv）液を加えて 100 mL とする．

（vi） アルカリ性銅溶液 （iii）の炭酸ナトリウム溶液 50 mL と（v）の硫酸銅溶液 1 mL とを混合する．用時調製し，1 日経過したら捨てる．

（vii） 操作法 各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL を正確に量り，小型の試験管に入れる．（vi）のアルカリ性銅溶液を 3 mL 加え，混合する．室温で 10 分以上放置した後，薄めたフォリン試液（1 → 2）を 0.3 mL 加え，すばやく混合し，30 分以上放置する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，すみやかに紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得られた吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体 1 mL 中の含量を計算する．

比活性（単位/たん白質 mg）
= {(定量法で得られた本品 1 mg 中の単位) / (本品中のたん白質含有率)} × 100

定 量 法

（i） 試験動物 体重約 45 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ii） 標準溶液 血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液 0.5 mL 中に，10，20，40 及び 80 単位を含む 4 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に，次の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の 1 群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約 3 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし，その用量の 1.5 ～ 2.0 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．血清性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（iii） 試料溶液 本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（iv） 操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D 群の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L の 0.5 mL を 1 回のみ皮下注射し，第 6 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v） 計算法 S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数
= antilog M × (S_H 1 mL 中の単位数) × (b / a)

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$
$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$
$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）
b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P= 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4)^2 / (4fs^2)$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$
$$n = 4(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + I^2)}$$

$$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4fs^2t^2)$$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

注射用血清性性腺刺激ホルモン

Serum Gonadotrophin for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された血清性性腺刺激ホルモン単位の 80 ～ 125 % を含む．

製　法　本品は「血清性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「血清性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.03 g を生理食塩液 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.1 EU/単位未満．

定 量 法　「血清性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率 ＝ antilog M

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

Human Menopausal Gonadotrophin

本品は健康な閉経後の婦人の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので，卵胞刺激ホルモン作用と黄体形成ホルモン（間質細胞刺激ホルモン）作用を有する．

本品は 1 mg 中 40 卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすい．

純度試験　黄体形成ホルモン　定量法及び次の方法により試験を行うとき，黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は 1 以下である．

（i）　試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雄シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，この液 1.0 mL 中に 10, 20 及び 40 黄体形成ホルモン単位を含む 3 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物に（iv）の操作法に従って注射し，精のうの質量を測定する．試験の結果に基づき精のうの質量が 20 ～ 35 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする．この高用量標準溶液に pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする．

（iii）　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すように pH 7.2 のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液 T_H とする．この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液 T_L とする．

調製した標準溶液及び試料溶液は 2 ～ 8 ℃ に保存する．

（iv）　操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.2 mL ずつ 5 日間皮下注射し，第 6 日に精のうを摘出し，付着する外液と不要組織を分離し，ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し，精のうの質量を量る．

（v）　計算法　定量法の（v）を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　本品をエンドトキシン試験用水 1 mL 当たり 75 卵胞刺激ホルモン単位を溶かし，試験を行うとき，エンドトキシンとして 1 卵胞刺激ホルモン単位あたり 0.66 EU 未満である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

比 活 性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 50 卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

（i）　試料溶液　本品約 10 mg を精密に量り，水を加え，その 1 mL 中に正確に 200 μg を含むように溶かし，試料溶液とする．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300, 200, 100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃

度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定 量 法

（i） 試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ii） 標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り，ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，1.0 mL 中に 0.75，1.5 及び 3.0 卵胞刺激ホルモン単位を含む 3 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物に，（iv）の操作法に従って注射し，卵巣の質量を測定する．試験の結果に基づき卵巣の質量がほぼ 120 ～ 160 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする．この高用量標準溶液にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする．

（iii） 試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（iv） 操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を第 1 日の午後 1 回，第 2 日の午前，正午及び午後の 3 回，第 3 日の午前及び午後の 2 回にわたって 1 回 0.2 mL ずつ皮下注射する．第 5 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他不要組織を分離し，ろ紙で付着する水を軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v） 計算法　S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数

$$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times (b / a)$$

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P= 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 - Y_4)^2 / (4\,fs^2)$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

$\sum y^2$：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4\,(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)\,(CM^2 + I^2)}$$

$$C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4\,fs^2t^2)$$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin

胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は 1 mg 当たり 2500 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．また，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上の絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

本品は定量するとき，表示単位の 80 ～ 125 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得た Y_3 及び Y_4 につき，次の式によって b を計算するとき，b は 120 以下である．

$$b = E / I$$

$$E = (Y_3 - Y_4) / f$$

f：1 群の試験動物の数

$$I = \log (T_H / T_L)$$

純度試験

（1）　溶状　本品 0.05 g を生理食塩液 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　卵胞ホルモン　去勢後少なくとも 2 週間以上経た雌のシロネズミ又はシロハツカネズミ 3 匹に，表示単位に従い 100 単位に対応する量を精密に量り，生理食塩液 0.5 mL に溶かし，皮下注射する．注射後，第 3 日，第 4 日及び第 5 日の 3 日間，1 日 2 回ずつ腟分泌物をとり，スライドガラスに薄く塗付して乾燥した後，ギムザ試液で染色し，水で洗い，乾燥して鏡検〈*5.01*〉するとき，発情像を認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1 g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1 mL 中に 120 単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約 350 g の栄養状態のよい健康なモルモット 2 匹以上を使用し，1 匹当たり試料溶液 5.0 mL ずつを腹腔内に注射し，7 日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比 活 性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質 1 mg 当たり 3000 単位以上のヒト絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

（i）　試料溶液　本品の表示量に従い，適量に水を加え，1 mL 中にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン約 500 単位を含むように調製する．

（ii）　標準溶液　ウシ血清アルブミン約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液に水を加え，1 mL 中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に 300，200，100 及び 50 μg 含む 4 種の標準溶液を調製する．

（iii）　操作法　内径約 18 mm，長さ約 130 mm のガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.5 mL ずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 10 分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．これらの液につき，水 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のたん白質量を求め，検体中の含量を計算する．

定 量 法

（i）　試験動物　体重約 45 ～ 65 g の健康な雌シロネズミを用いる．

（ii）　標準溶液　ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液 2.5 mL 中に，7.5，15，30 及び 60 単位を含む 4 種の溶液を製する．この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に，（iv）の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の 1 群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約 2.5 倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし，その用量の 1.5 ～ 2.0 倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする．

（iii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（iv）　操作法　試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A，B，C 及び D 群の 4 群に無作為に分け，各群にそれぞれ S_H，S_L，T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.5 mL ずつ 5 日間皮下注射し，第 6 日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

（v）　計算法　S_H，S_L，T_H 及び T_L によって得た卵巣質量をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mg 中の単位数

$$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times (b / a)$$

$$M = IY_a / Y_b$$

$$I = \log (S_H / S_L) = \log (T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって計算される F' は s^2 を計算したときの n に対する F_1 より小さい．また，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.3 以下である．もし，

F' が F_1 を，また，L が 0.3 を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / 4\,fs^2$$

f：各群の試験動物の数

$$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y / f)\} / n$$

Σy^2：各群の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4\,(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)\,(CM^2 + I^2)}$$

$$C = Y_0^2 / (Y_0^2 - 4\,fs^2t^2)$$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin for Injection

注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位の 80 ～ 125 % を含む．

製　法　本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

pH〈*2.54*〉　生理食塩液 1 mL 中に本品 2 mg を含むように調製した液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.1g，減圧，酸化リン（V），4時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，M を表示量とせず，平均含量として判定値を計算する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率 ＝ antilog M

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

生理食塩液

Isotonic Sodium Chloride Solution

0.9 % 塩化ナトリウム注射液

等張塩化ナトリウム注射液

等張食塩液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩化ナトリウム（NaCl：58.44）0.85 ～ 0.95 w/v% を含む．

製　法

塩化ナトリウム	9　g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性　状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　4.5 ～ 8.0

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 100 mL を水浴上で濃縮して約 40 mL とし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.3 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 20 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（0.1 ppm 以下）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.844 mg NaCl

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

石油ベンジン
Petroleum Benzin

本品は石油から得た低沸点の炭化水素類の混合物である．

性　状　本品は無色澄明の揮発性の液で，蛍光がなく，特異なにおいがある．

本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は極めて引火しやすい．

比重　d_{20}^{20}：0.65 ～ 0.71

純度試験

（1）　酸　本品 10 mL に水 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置する．分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変しない．

（2）　イオウ化合物又は還元性物質　本品 10 mL にアンモニア・エタノール試液 2.5 mL 及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加え，光を避け，約 50 ℃ で 5 分間加温するとき，液は褐色を呈しない．

（3）　油脂又はイオウ化合物　加温ガラス板上に無臭のろ紙を置き，これに本品 10 mL を少量ずつ滴下し，揮散させるとき，しみを残さず，また，異臭を発しない．

（4）　ベンゼン　本品 5 滴に硫酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を加え，約 10 分間加温した後，30 分間放置し，次に磁製皿に移し，水で薄めるとき，ニトロベンゼンのにおいを発しない．

（5）　蒸発残留物　本品 140 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき，その量は 1 mg 以下である．

（6）　硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて放置するとき，硫酸層の色は色の比較液 A より濃くない．

蒸留試験〈*2.57*〉　50 ～ 80 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　火気を避け，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セタノール
Cetanol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてセタノール（$C_{16}H_{34}O$：242.44）からなる．

性　状　本品は白色の薄片状，粒状又は塊状のろうよう物質で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はピリジンに極めて溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融　点〈*1.13*〉　47 ～ 53 ℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約 17 mm，高さ約 170 mm の試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約 25 mm になるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水に入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より 5 ℃ 低い温度に達したとき，1 分間に 1 ℃ 上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸　価〈*1.13*〉　1.0 以下．

エステル価〈*1.13*〉　2.0 以下．

水酸基価〈*1.13*〉　210 ～ 232

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0 以下．

純度試験

（1）　溶状　本品 3.0 g をエタノール（99.5）25 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

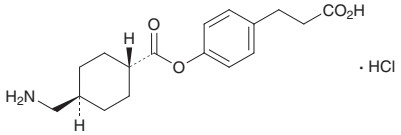
（2）　アルカリ　（1）の液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

セトラキサート塩酸塩
Cetraxate Hydrochloride

塩酸セトラキサート



$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl：341.83

3-{4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-phenyl}propanoic acid monohydrochloride　[*27724-96-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セトラキサート塩酸塩（$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 236 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g を水/2-プロパノール混液（1：1）5 mL に加温して溶かし，25 ℃ 以下に冷却し，析出する結晶をろ過する．得られた結晶を減圧下で 4 時間乾燥後，更に 105 ℃ で 1 時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).

(2) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 5) を用いる (2 ppm 以下).

(3) シス体 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセトラキサートの保持時間の 1.3 ～ 1.6 倍の保持時間のピークの面積は，標準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液混液 (15：10：4) に酢酸 (31) を加えて pH を 6.0 に調整する．

流量：セトラキサートの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 0.02 g 及びフェノール 0.01 g を水 100 mL に溶かす．この液 2 mL をとり，水を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セトラキサート，フェノールの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セトラキサートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

(4) 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸 本品 0.10 g に内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．別に 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸 25 mg をメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 3-(*p*-ヒドロキシフェニル) プロピオン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液 カフェインのメタノール溶液 (1 → 4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液混液 (15：5：2) に酢酸 (31) を加えて pH を 5.5 に調整する．

流量：3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/酢酸 (100) 混液 (20：4：3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下 (0.5 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液で pH 7.0 ～ 7.5 に調整する．この液にホルムアルデヒド液 10 mL を加え，約 5 分間かき混ぜた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で約 20 分をかけて滴定〈2.50〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

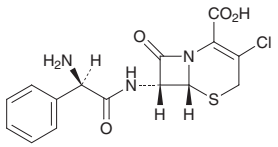
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器.

セファクロル

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-chloro-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid ［*53994-73-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，*N*, *N*-ジメチルホルムアミド又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 40 mg に核磁気共鳴スペクトル測定用重水 0.5 mL 及び核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸 1 滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.7 ppm 付近に AB 型四重線のシグナル A を，δ 7.6 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 2：5 である．

（4）本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋105 ～ ＋120°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に懸濁して検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液 20 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．試料溶液のセファクロル以外のピーク面積は標準溶液のセファクロルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のセファクロル以外のピーク面積の合計は標準溶液のセファクロルのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 4.0 に調整し，移動相 A とする．

移動相 B：移動相 A 550 mL に，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL を加えて，移動相 B とする．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 30	95 → 75	5 → 25
30 ～ 45	75 → 0	25 → 100
45 ～ 55	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 2.5 のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 6.5 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びセファクロル標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（3 → 500）を加えて pH を 3.4 に調整する．この液 940 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．
流量：セファクロルの保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファクロルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セファクロルカプセル
Cefaclor Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製　法　本品は「セファクロル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.25 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.5 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 2.5 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_{Ti} / A_S) \times (W_M / C) \times (25 / 2)$

類縁物質の合計量（%）
$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_{Tn} / A_S) \times (W_M / C) \times (25 / 2)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg (力価)］
W_T：本品の内容物の秤取量（mg）
W_M：1 カプセル中の平均内容物質量（mg）
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル及び溶媒由来のピーク以外の個々のピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 カプセル中の「セファクロル」の表示量［mg (力価)］

試験条件
「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能及びシステムの再現性は，「セファクロル」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

水　分〈2.48〉　8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．
本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50　回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファ

クロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 カプセル中の「セファクロル」の表示量［mg（力価）］

定 量 法　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セファクロル複合顆粒
Cefaclor Compound Granules

本品は 1 包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ 90.0 ～ 110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製　法　本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験　本品の表示全力価に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 2 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.6 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 2.8 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 50 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= W_S \times (A_{Ti} / A_S) \times \{V / (C \times T)\} \times (1 / 10)$

類縁物質の合計量（%）
$= W_S \times (\Sigma A_{Tn} / A_S) \times \{V / (C \times T)\} \times (1 / 10)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
A_{Ti}：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］
T：採取包数（包）

試験条件
「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 5.5 % 以下（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

（1） 全力価　本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 3.8 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 15)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

（2） 胃溶性顆粒の力価　本品 1 包をとり，その内容物の全量を pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 5 分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 1.5 mg（力価）を含む液となるように pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 7 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 35)$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように溶出試験第 1 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 1 液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 35 ～ 45 % である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］

また，本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とし，37 ℃ で 60 分間加温する．この液 2 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.01 mol/L 塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 70 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
C：1 包中の「セファクロル」の表示全力価［mg（力価）］

粒　度〈6.03〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） 全力価　本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，少量の pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，正確に希釈し，表示全力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 5 mg（力価）を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量

り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

（2）胃溶性顆粒の力価　本品 5 包以上をとり，内容物を取り出し，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液約 100 mL を加えて 5 分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 2 mg（力価）を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セファクロル細粒

Cefaclor Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81）を含む．

製　法　本品は「セファクロル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セファクロル」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品 20 mg（力価）を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸混液（30：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，類縁物質の量を求めるとき，試料溶液の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．また，類縁物質の合計は 3.0 % 以下である．必要ならば pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 50 μL につき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 5$

類縁物質の合計（%）
$= (W_S / W_T) \times (\Sigma A_T / A_S) \times (1 / C) \times 5$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］
W_T：本品の秤取量（g）
A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒のピーク以外の各ピーク面積
A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積
C：1 g 中のセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量［mg（力価）］

試験条件

「セファクロル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 40000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，逆滴定）．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従い「セファクロル」約 0.25 g（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セファクロル」約 20 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

W_T：本品の秤取量（g）

C：1 g 中のセファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の表示量［mg（力価）］

粒 度〈6.03〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セファクロル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．この上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約 50 mg（力価）を精密に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル（$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$）の量［mg（力価）］

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$$

W_S：セファクロル標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 700）

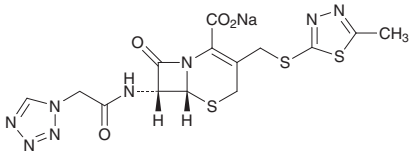
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$：476.49

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*27164-46-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.7 ppm 付近及び δ 9.3 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－19 ～ －23°（脱水物に換算したもの 2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 6.3 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.35 以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10 分以内に行う．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過

酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ 1.5 % 以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は 2.5 % 以下である．ただし，セファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数 1.43 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：セファゾリン標準品約 80 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 2.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファゾリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *p*-アセトアニシジドのpH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし，この液にアセトニトリル 65 mL を加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

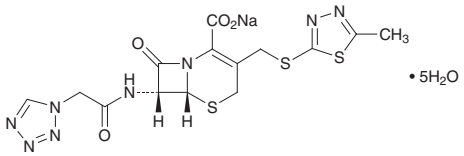
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$：566.57

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate ［*115850-11-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 920 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 270 ～ 274 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1761 cm^{-1}，1667 cm^{-1}，1599 cm^{-1}，1540 cm^{-1} 及び 1389 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.7 ppm 付近及び δ 9.3 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：

B はほぼ 3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（272 nm）：272 ～ 292（脱水物に換算したもの 80 mg，水，5000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：−20 ～ −25°（脱水物に換算したもの 2.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ～ 6.3 である．

純度試験

（1） 溶状 別に規定する．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素 別に規定する．

（4） 類縁物質 別に規定する．

（5） 残留溶媒 別に規定する．

水 分〈2.48〉 13.7 ～ 16.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.10 EU/mg（力価）未満．

定 量 法 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファゾリン（$C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファゾリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *p*−アセトアニシジドの pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし，この液にアセトニトリル 65 mL を加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

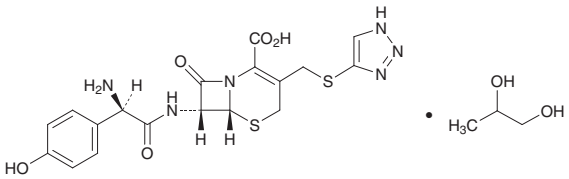
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．

セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$：538.60

(6*R*,7*R*)−7−[(2*R*)−2−Amino−2−(4−hydroxyphenyl)acetylamino]−8−oxo−3−[2−(1*H*−1,2,3−triazol−4−yl)sulfanylmethyl]−5−thia−1−azabicyclo[4.2.0]oct−2−ene−2−carboxylic acid monopropane−1,2−diolate（1/1）

［*51627−14−6*，セファトリジン］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 840 ～ 876 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファトリジン（$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファトリジンプロピレングリコール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液（3：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3−トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム−d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.5 ppm 付近に二重線のシグナル C を，δ 8.3 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：2：2：1 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：+52 ～ +58°（脱水物に換算したもの 2.5 g，1 mol/L 塩酸試液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 25）を用いる．

（3） 類縁物質 本品 25 mg を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセファトリジンプロピレングリコール標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 500 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファトリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セファトリジン（$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（17 → 12500）/メタノール混液（17：3）

流量：セファトリジンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

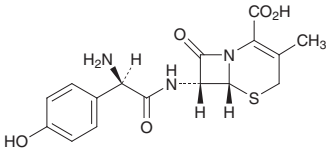
システムの性能：セファドロキシル約 5 mg（力価）及びセファトリジンプロピレングリコール約 10 mg（力価）を水 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セファドロキシル

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*50370-12-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファドロキシル（$C_{16}H_{17}N_3O_5S$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファドロキシル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液（3：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.0 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.5 ppm 付近に二重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋164 ～ ＋182°（脱水物に換算したもの 0.6 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.1 g をエタノール（99.5）/水/薄めた塩酸（1 → 5）混液（75：22：3）4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/水/薄めた塩酸（1 → 5）混液（75：22：3）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につ

き，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/エタノール（99.5)/ギ酸混液（14：5：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 4.2 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセファドロキシル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 500 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファドロキシルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セファドロキシル（$C_{16}H_{17}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファドロキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

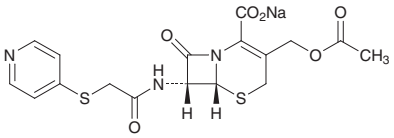
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム溶液（17 → 12500)/メタノール混液（17：3）
流量：セファドロキシルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：セファドロキシル約 5 mg（力価）及びセファトリジンプロピレングリコール約 10 mg（力価）を水 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファドロキシルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セファピリンナトリウム

Cefapirin Sodium



$C_{17}H_{16}N_3NaO_6S_2$：445.45
Monosodium（6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(pyridin-4-ylsulfanyl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　［*24356-60-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 865 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セファピリン（$C_{17}H_{17}N_3O_6S_2$：423.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトンにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファピリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファピリンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 2.2 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.3 ppm 付近及び δ 8.3 ppm 付近にそれぞれ多重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋157 ～ ＋175°（脱水物に換算したもの 2 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 25）を用いる．

（3） 類縁物質　本品 0.1 g をアセトン/水混液（3：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量

り，アセトン/水混液（3：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水/酢酸（100）混液（5：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.7 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセファピリンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファピリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファピリン（$C_{17}H_{17}N_3O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

W_S：セファピリンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　バニリン溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（93：7）

流量：セファピリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

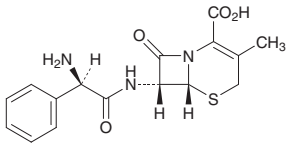
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファピリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファピリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容　器 密封容器．

セファレキシン

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid ［*15686-71-2*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 ～ 1030 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファレキシン（$C_{16}H_{17}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）又は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 200）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.8 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 7.5 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：5 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+144 ～ +158°（脱水物に換算したもの 0.125 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に懸濁して検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品約 25 mg をリン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）に溶かして 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．必要ならばリン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）20 μL につき同様に操作し，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）に

よるベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファレキシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積より大きくない．また，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 1/50 より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を水 1000 mL に溶かし，トリエチルアミン 15 mL を加え，リン酸を加えて pH 2.5 に調整する．

移動相 B：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を水 300 mL に溶かし，トリエチルアミン 15 mL を加え，リン酸を加えて pH 2.5 に調整する．この液に，アセトニトリル 350 mL 及びメタノール 350 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 1	100	0
1 ～ 34.5	100 → 0	0 → 100
34.5 ～ 35.5	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液（9 → 500）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たセファレキシンのピーク面積が，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の 1.8 ～ 2.2 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファレキシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 150000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 8.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法 本品及びセファレキシン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 4.5の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セファレキシン（$C_{16}H_{17}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セファレキシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 1500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（3 → 500）を加えて pH 3.0 に調整する．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

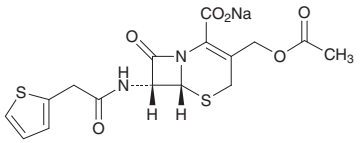
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$：418.42

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate ［*58-71-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 910 ～ 980 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セファロチン（$C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 3.9 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を，δ 7.0 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：＋124 ～ ＋134°（5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 定量法の標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．定量法の試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファロチン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL から得たセファロチンのピーク面積が，標準溶液のセファロチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を，90 ℃ の水浴中で 10 分間加熱後，冷却する．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約 0.5 のピークとセファロチンの分離度は 9 以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法 本品及びセファロチンナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセファロチンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セファロチン（$C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 17 g を水 790 mL に溶かした液に，酢酸（100） 0.6 mL を加える．必要ならば，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は酢酸（100）を加え，pH 5.9±0.1 に調整する．この液に，アセトニトリル 150 mL 及びエタノール（95） 70 mL を加える．

流量：セファロチンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

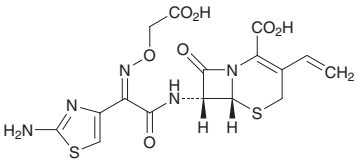
システムの性能：標準溶液を，90 ℃ の水浴中で 10 分間加熱後，冷却する．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とした液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約 0.5 のピークとセファロチンの分離度は 9 以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セフィキシム

Cefixime



$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45

(6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(carboxymethoxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*79350-37-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフィキシム（$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフィキシム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液（4：1）0.5 mL に溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 4.7 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.5 ～ 7.4 ppm 付近に多重線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：−75 ～ −88°（脱水物に換算したもの 0.45 g，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 50），50 mL，100 mm）．

純度試験　本品 0.1 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフィキシム以外のそれぞれのピークの量は 1.0 % 以下であり，セフィキシム以外のピークの量の合計は 2.5 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフィキシムのピーク高さが，20 ～ 60 mm になることを確認する．

システムの性能：セフィキシム標準品約 2 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 200 mL に溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　9.0 ～ 12.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びセフィキシム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフィキシム（$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフィキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液（10 → 13）25 mL に水を加えて 1000 mL とし，この液に薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 6.5 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：セフィキシムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフィキシムのピー

ク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

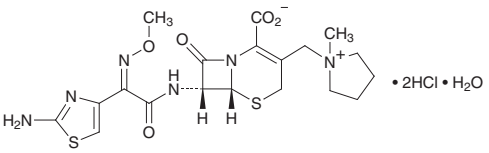
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフェピム塩酸塩水和物

Cefepime Dihydrochloride Hydrate

塩酸セフェピム



$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$：571.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride monohydrate

[*123171-59-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 835 ～ 886 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 3.1 ppm 付近及び δ 7.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 3：1 である．

（5）　本品 15 mg を水 5 mL に溶かし，硝酸銀試液 2 滴を加えるとき，液は白濁する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（259 nm）：310 ～ 340（脱水物に換算したもの 50 mg，水，1000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：+39 ～ +47°（脱水物に換算したもの 60 mg，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.6 ～ 2.1 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　*N*-メチルピロリジン　本品約 80 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，水 30 mL を 100 mL のメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに *N*-メチルピロリジン約 0.125 g を加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の *N*-メチルピロリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定し，次式により本品 1 mg（力価）当たりの *N*-メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，0.5 % 以下である．ただし，試料溶液は調製後，20 分以内に試験を行う．

N-メチルピロリジンの量（%）

$= \{(W_S \times f) / W_T\} \times (A_T / A_S) \times (1 / 250)$

W_S：*N*-メチルピロリジンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量［mg(力価)］

f：*N*-メチルピロリジンの純度（%）

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 4.6 mm，長さ 5 cm のプラスチック管に，1 g 当たり約 0.3 meq の交換容量を持つスルホン酸基を導入した 5 μm の液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸（2 → 3125）990 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：塩化ナトリウム溶液（3 → 1000）20 mL に *N*-メチルピロリジン 0.125 g を加え，水を加えて 100 mL とする．この液 4 mL を量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて 100 mL とする．この液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，*N*-メチルピロリジンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，*N*-メチルピロリジンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 本品約 0.1 g を量り，移動相 A に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセフェピム以外のピークの合計量を求めるとき，0.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素アンモニウム 0.57 g を水 1000 mL に溶かす．

移動相 B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 25	100 → 75	0 → 25

流量：セフェピムの保持時間が約 9.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL をとり，移動相 A を加えて 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL をとり，移動相 A を加えて 10 mL とし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて 10 mL とする．この液 5 μL から得たセフェピムのピーク面積が，検出確認用溶液 5 μL から得たピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は 6000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 3.0 ～ 4.5 %（本品約 50 mg を精密に量り，水分測定用メタノール 2 mL を正確に加えて溶かす．この液 0.5 mL を正確に量り，試験を行う．電量滴定法）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.04 EU/mg（力価）未満．

定 量 法 本品及びセフェピム塩酸塩標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフェピムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液（261 → 100000）に酢酸（100）を加えて pH 3.4 に調整した後，水酸化カリウム溶液（13 → 20）を用いて pH 4.0 に調整する．この液 950 mL にアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：セフェピムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は 1500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．

注射用セフェピム塩酸塩

Cefepime Dihydrochloride for Injection

注射用塩酸セフェピム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 95.0 ～ 110.0 % に対応するセフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56）を含む．

製 法 本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末である．

確認試験

（1） 本品 40 mg を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて 5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 12500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 233 ～ 237 nm 及び 255 ～ 259 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和

物」0.5 g（力価）に対応する量をとり，水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明で，その液の色は色の比較液Ⅰより濃くない．

（2） *N*−メチルピロリジン　本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約 0.2 g（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸（2 → 625）に溶かして正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別に，水 30 mL を 100 mL のメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに *N*−メチルピロリジン約 0.125 g を加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めた硝酸（2 → 3125）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の *N*−メチルピロリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定し，次式により本品 1 mg（力価）当たりの *N*−メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，1.0 % 以下である．ただし，試料溶液は調製後，20 分以内に試験を行う．

N−メチルピロリジンの量（%）

$$= \{(W_S \times f) / W_T\} \times (A_T / A_S) \times (1 / 125)$$

W_S：*N*−メチルピロリジンの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量［mg(力価)］
f：*N*−メチルピロリジンの純度（%）

試験条件

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉 4.0 % 以下（本品約 50 mg を精密に量り，水分測定用メタノール 2 mL を正確に加えて溶かす．この液 0.5 mL を正確に量り，試験を行う．電量滴定法）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.06 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフェピム塩酸塩水和物」約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフェピム塩酸塩標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフェピム塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフェピム（$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$$

W_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

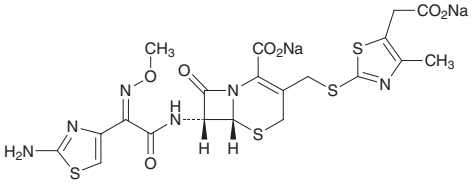
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

セフォジジムナトリウム

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$：628.63

Disodium（6*R*,7*R*）−7−［(*Z*)−2−(2−aminothiazol−4−yl)−2−(methoxyimino)acetylamino］−3−［(5−carboxylatomethyl−4−methylthiazol−2−yl)sulfanylmethyl］−8−oxo−5−thia−1−azabicyclo［4.2.0］oct−2−ene−2−carboxylate　［*86329−79−5*］

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物 1 mg 当たり 890 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォジジム（$C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$：584.67）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォジジムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3−トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.3 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近及び δ 7.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−56 ～ −62°（脱水及び脱エタノール物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をるつぼに量り，ゆるく

ふたをし，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸 2 mL を加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 30 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォジジム以外の各々のピークのピーク面積は，標準溶液のセフォジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフォジジム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフォジジムのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォジジムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たセフォジジムのピーク面積が，標準溶液のセフォジジムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

（5） エタノール 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール約 2 g を精密に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する．次式によりエタノールの量を求めるとき，2.0 % 以下である．

エタノールの量（%）＝（W_S / W_T）×（Q_T / Q_S）

W_S：ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 1-プロパノール溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーに 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフォジジムナトリウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォジジム（$C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$）の量［μg(力価)］
＝ W_S ×（Q_T / Q_S）× 1000

W_S：セフォジジムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 無水カフェイン溶液（3 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 0.80 g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.20 g を水に溶かし，アセトニトリル 80 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：セフォジジムの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォジジム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

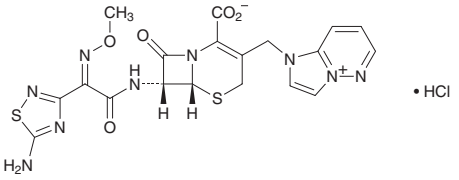
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride

塩酸セフォゾプラン



$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$・HCl：551.99

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1*H*-imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-ium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride

[*113359-04-9*, セフォゾプラン]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 860 ～ 960 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又はホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，5 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品の塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフォゾプラン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 5.2 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 8.0 ppm 付近に四重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

（4）　本品 0.01 gをとり，水 1 mL 及び酢酸（100）2 mL を加えて溶かし，硝酸銀試液 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は白濁する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（238 nm）：455 ～ 485（脱水物に換算したもの 50 mg，塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2），5000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－73 ～ －78°（脱水物に換算したもの 0.1 g，塩化ナトリウム試液/メタノール混液（3：2），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2,4-ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 0.366 g をとり，水を加えて混和し，1000 mL とする．この液にアセトニトリル 60 mL 及び酢酸（100）5 mL を加える．

流量：セフォゾプランの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォゾプラン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォゾプランのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

注射用セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォゾプラン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するセフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53）を含む．

製　法　本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は，白色～淡黄色の粉末又は塊である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 236 ～ 241 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品 50 mg をとり，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド 0.8 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル A，δ 5.0 ppm 付近に二重線のシグナル B 及び δ 8.0 ppm 付近に四重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.0 である．

純度試験

（1）溶状　本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」1 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液 N より濃くない．

（2）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈2.48〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

エンドトキシン〈4.01〉　0.05 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の表示量に従い「セフォゾプラン塩酸塩」約 0.5 g（力価）に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフォゾプラン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．以下「セフォゾプラン塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォゾプラン（$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［mg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$

W_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2,4-ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液（1 → 1250）

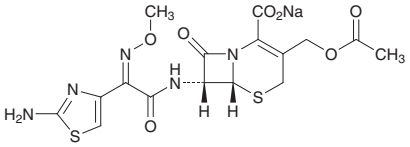
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォタキシムナトリウム

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$：477.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64485-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 916 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォタキシム（$C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$：455.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 2 mg に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1→125）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.1 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近及び δ 7.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋58 ～ ＋64°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は

4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，よく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　定量法で得た試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフォタキシム以外のそれぞれのピークの量は 1.0 % 以下であり，セフォタキシム以外のピークの合計は 3.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相 A，移動相 B，移動相の送液，流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォタキシムの保持時間の約 3.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 20 mL とした液 10 μL から得たセフォタキシムのピーク面積が，標準溶液のセフォタキシムのピーク面積の 0.15 ～ 0.25 % になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品及びセフォタキシム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相 A に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフォタキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セフォタキシム（$C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォタキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えて pH を 6.25 に調整し，この液 860 mL にメタノール 140 mL を加える．

移動相 B：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えて pH を 6.25 に調整し，この液 600 mL にメタノール 400 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 7	100	0
7 ～ 9	100 → 80	0 → 20
9 ～ 16	80	20
16 ～ 45	80 → 0	20 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：毎分約 1.3 mL　セフォタキシムの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 mL に水 7.0 mL 及びメタノール 2.0 mL を加えて振り混ぜる．この液に炭酸ナトリウム十水和物 25 mg を加えて振り混ぜ，室温で 10 分間放置した後，酢酸（100）3 滴及び標準溶液 1 mL を加えて振り混ぜる．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォタキシムに対する相対保持時間約 0.3 のデスアセチルセフォタキシム，セフォタキシムの順に溶出し，その分離度は 20 以上であり，セフォタキシムのピークのシンメトリー係数は 2 以下である．

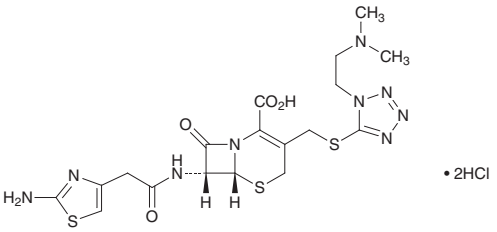
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォタキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride

塩酸セフォチアム



$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3 \cdot 2HCl$：598.55

(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrochloride　［*66309-69-1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 810 ～ 890 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）としての量を質量（力価）で

示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．本品は水，メタノール又はホルムアミドに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.1 ppm 付近及び δ 6.7 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 6：1 である．

（4）　本品 0.1 g をとり，希硝酸 5 mL に溶かし，直ちに硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋60 ～ ＋72°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.2 ～ 1.7 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，硫酸 1 mL を加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 2 mL を加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加して pH 3 ～ 4 に調整し，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液として試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL をとり，検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉　7.0 % 以下（0.25 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法　本品及びセフォチアム塩酸塩標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフォチアムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 800 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて pH を 7.7 に調整する．この液 440 mL にアセトニトリル 60 mL を加える．

流量：セフォチアムの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：オルシン 0.04 g を標準溶液 10 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

注射用セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride for Injection

注射用塩酸セフォチアム

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）を含む．

製　法　本品は「セフォチアム塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.7 ～ 3.0 ppm 及び δ 6.5 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 6：1 である．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 5.7 ～ 7.2 である．

純度試験　溶状　本品の表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，溶解 10 分後に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.20 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.125 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「セフォチアム塩酸塩」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用する．

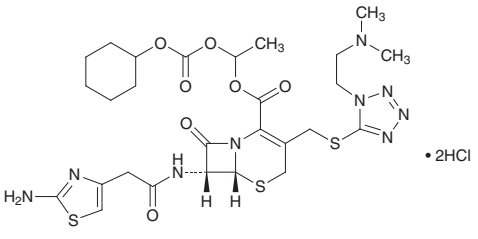
セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

貯 法 容 器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩

Cefotiam Hexetil Hydrochloride
塩酸セフォチアムヘキセチル
セフォチアムヘキセチル塩酸塩



$C_{27}H_{37}N_9O_7S_3$・2 HCl：768.76
(1*RS*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)-7-[2-(2-aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride　[*95789-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 615 ～ 690 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジメチルスルホキシドに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.8 ppm 付近及び δ 6.6 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を，δ 6.9 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 6：1：1 である．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）に希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+52 ～ +60°（脱水物に換算したもの 0.1 g，0.1 mol/L 塩酸試液，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質 1　本品約 50 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約 50 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100）/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 の類縁物質は 2.0 % 以下であり，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．ただし，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約 1.2 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.78 を乗じた値とする．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）× 5

W_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のセフォチアムヘキセチルの 2 つのピーク面積の合計
A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/アセトニトリル/酢酸（100）混液（72：28：1）
移動相 B：アセトニトリル/薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/酢酸（100）混液（60：40：1）
移動相の送液：移動相 A から移動相 B の混合比が，30 分間で 1：0 から 0：1 に直線的に変化するように設定する．
流量：毎分 0.7 mL
面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たセフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのそれぞれの面積が，標準溶液から得たそれぞれのピークの 1.6 ～ 2.4 % になることを確認する．
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの面積の和の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 2　本品約 20 mg を精密に量り，メタノール 2 mL に溶かした後，リン酸水素二アンモニウム溶液（79 → 20000)/酢酸（100）混液（200：3）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，セフォチアムに対する相対保持時間約 0.1 及び約 0.9 の類縁物質は 1.0 % 以下であり，セフォチアム及びセフォチアムに対する相対保持時間約 0.1 及び約 0.9 の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ 0.5 % 以下である．ただし，セフォチアムに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.76 を乗じた値とする．

類縁物質の量（%）＝（W_S / W_T）×（A_T / A_S）× 4

W_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）
A_S：標準溶液のセフォチアムのピーク面積
A_T：試料溶液の個々のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（79 → 20000)/メタノール/酢酸（100）混液（200：10：3）
流量：セフォチアムの保持時間が約 15 分になるように調整する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムの保持時間の約 2 倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得られたセフォチアムのピーク面積が標準溶液から得たセフォチアムのピーク面積の 1.6 ～ 2.4 % になることを確認する．
システムの性能：アセトアミノフェンの移動相溶液（1 → 50000）1 mL に標準溶液 3 mL を加えてよく混和する．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 総類縁物質　類縁物質 1 及び類縁物質 2 で求めた類縁物質の量の合計は 6.5 % 以下である．

水　分〈2.48〉 3.5 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　定量法で得た試料溶液 20 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_a/(A_a+A_b)$ は 0.45 ～ 0.55 である．

定 量 法　本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約 30 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準

溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．ただし，保持時間約 10 分に近接して現れる 2 つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする．

セフォチアム（$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　安息香酸の薄めたリン酸（1 → 100)/アセトニトリル混液（4：1）溶液（7 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液（1 → 2)/アセトニトリル/酢酸（100）混液（72：28：1）

流量：セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

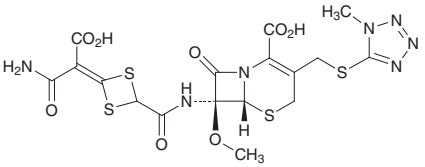
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォチアムヘキセチルの順に溶出し，セフォチアムヘキセチルの 2 つのピークの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セフォテタン

Cefotetan



$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$：575.62

(6*R*,7*R*)-7-{[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*69712-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 960 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフォテタン（$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 50 mg を炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 25）0.5 mL に溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.6 ppm 付近，δ 4.0 ppm 付近，δ 5.1 ppm 付近及び δ 5.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：3：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋112 ～ ＋124°（脱水物に換算したもの 0.5 g，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 200)，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 30）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールをデシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥し，その約 3 mg 及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約 2 mg をそれぞれ精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_{Ta}，セフォテタンに対する相対保持時間約 0.5 に溶出するセフォテタンラクトンのピーク面積の比 Q_{Tb}，相対保持時間約 1.2 に溶出する Δ_2-セフォテタンのピーク面積の比 Q_{Tc}，相対保持時間約 1.3 に溶出するイソチアゾール体のピーク面積の比 Q_{Td}，その他の個々の類縁物質のピーク面積の比 Q_{Te} 及びその他の類縁物質のピーク面積の合計の比 Q_{Tf}，標準溶液の内

標準物質のピーク面積に対する 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及びセフォテタンのピーク面積の比 Q_{Sb} を求める．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールは 0.3 % 以下，セフォテタンラクトンは 0.3 % 以下，Δ_2-セフォテタンは 0.5 % 以下，イソチアゾール体は 0.5 % 以下，その他の個々の類縁物質は 0.2 % 以下及びその他の類縁物質の合計は 0.4 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 100)$

セフォテタンラクトンの量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

Δ_2-セフォテタンの量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tc} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

イソチアゾール体の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Td} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

その他の個々の類縁物質の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Te} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

その他の類縁物質の合計（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (Q_{Tf} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）
W_{Sb}：脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　無水カフェインのメタノール溶液（3 → 10000）
試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：セフォテタンの保持時間の約 3.5 倍の範囲
システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液 15 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 μL から得たセフォテタンのピーク面積が，標準溶液のセフォテタンのピーク面積の 12 ～ 18 % になることを確認する．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，保持時間 40 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク（*l* 体）及び保持時間の大きい方のピーク（*d* 体）の面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により *l* 体の量を求めるとき，35 ～ 45 % である．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/水/硫酸水素テトラブチルアンモニウムのアセトニトリル溶液（1 → 150）混液（9：9：2）．
流量：*l* 体の保持時間が約 40 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，*l* 体，*d* 体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．
システムの再現性：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*l* 体のピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

定 量 法　本品及びセフォテタン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 15 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，pH 6.5 の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォテタン（$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォテタン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 1000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸　11.53 g を水 1000 mL に溶かす．この液 850 mL にアセトニトリル 50 mL，酢酸（100）50 mL 及びメタノール 50 mL を加える．
流量：セフォテタンの保持時間が約 17 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォテタンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク

面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

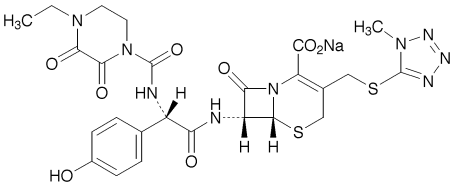
貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$：667.65

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*62893-20-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 871 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォペラゾン（$C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 6.8 付近及び δ 7.3 ppm 付近にそれぞれ一対の二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：2 である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15 ～ －25°（1 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.1 g を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の 50 倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，保持時間約 8 分の類縁物質Ⅰは 5.0 % 以下であり，保持時間約 17 分の類縁物質Ⅱは 1.5 % 以下である．また，類縁物質の合計量は 7.0 % 以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅡのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 0.90 及び 0.75 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，この液 25 μL から得たセフォペラゾンのピーク面積が，標準溶液の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフォペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフォペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にセフォペラゾン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 5 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフォペラゾン（$C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフォペラゾン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの水/アセトニトリル混液（43：7）溶液（3 → 8000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸（100）57 mL 及びトリエチルアミン 139 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．この液 20 mL に水 835 mL，アセトニトリル 140 mL 及び希酢酸 5 mL を加える．

流量：セフォペラゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　冷所で保存する．

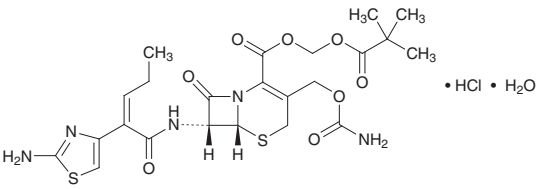
容　　器　密封容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate

塩酸セフカペン　ピボキシル

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物



$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2$・HCl・H_2O：622.11

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate

[*147816-24-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 722 ～ 764 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフカペンピボキシル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール溶液（1 → 50）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 6.3 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 6.7 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（3）　本品 10 mg を水/メタノール混液（1：1）2 mL に溶かし，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

吸 光 度〈2.24〉　$E^{1\%}_{1cm}$（265 nm）：255 ～ 285（脱水物に換算したもの 30 mg，pH 5.5 の酢酸塩緩衝液/メタノール混液（1：1），2000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：+51 ～ +54°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質 I　本品約 10 mg（力価）に対応する量をメタノール 2 mL に溶かし，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.5 及び約 1.7 のピークはそれぞれ 0.2 % 以下，その他の個々のピークは 0.1 % 以下であり，ピークの合計は 1.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素カリウム 5.99 g を水に溶かし，1100 mL とする．この液に，臭化テトラ *n*-ペンチルアンモニウム 1.89 g をメタノールに溶かして 1000 mL とした液を加える．

移動相 B：メタノール/水混液（22：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 20	98	2
20 ～ 40	98 → 50	2 → 50
40 ～ 50	50	50

流量：毎分 0.8 mL

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とし，この液 30 μL から得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 10 mg をメタノール 25 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（3） 類縁物質Ⅱ　本品約 2 mg（力価）に対応する量を液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かして 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 1.7 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 7.8 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（13 → 5000）

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約 22 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の 20 ～ 40 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシルのピークの理論段数は 12000 段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.8 ～ 3.7 %（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 3.0 mm，長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g 及び 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.22 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL 及びメタノール 100 mL を加える．

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 0.2 g をメタノール 10 mL に溶かし，60 ℃ の水浴中で 20 分間加温する．冷後，この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，セフカペンピボキシルトランス体，内標準物質の順に溶出し，セフカペンピボキシルの保持時間に対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標準物質の保持時間の比は，それぞれ約 1.7 及び約 2.0 であり，また，セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules

塩酸セフカペン　ピボキシル細粒

セフカペンピボキシル塩酸塩細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）を含む．

製　法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 4 mL を量りメタノールを加えて 50 mL とした後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 264 ～ 268 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1）類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 1 mL を加えて振り混ぜる．水/メタノール混液（1：1）25 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.3 のピークは 0.4 % 以下，相対保持時間約 1.5 のセフカペンピボキシルトランス体のピークは 1.1 % 以下，その他の個々のピークは 0.3 % 以下であり，ピークの合計は 2.8 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

（2）類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg（力価）に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 4.0 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉　1.4 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．試料は粉砕せず，採取は相対湿度 30 % 以下で行う．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 0.2 g（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）100 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg（力価）］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg（力価）］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Tablets

塩酸セフカペン　ピボキシル錠

セフカペンピボキシル塩酸塩錠

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 105.0 % に対応するセフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49）を含む．

製　法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて 50 mL とする．この液 4 mL を量り，メタノールを加えて 50 mL とした後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 1 mL を加えて振り混ぜる．水/メタノール混液（1：1）25 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 30 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/メタノール混液（1：1）30 μL につき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約 1.3 のピークは 0.4 % 以下，相対保持時間約 1.5 のセフカペンピボキシルトランス体のピークは 0.5 % 以下，その他の個々のピークは 0.3 % 以下であり，ピークの合計は 2.0 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg（力価）に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用 *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 3.3 % 以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉　3.9 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．試料の粉砕及び秤取は相対湿度 30 % 以下で行う．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール 20 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，メタノール/水混液（4：1）を加えて正確に 50 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液から，表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 6 mg（力価）に対応する容量 *V* mL を正確に量り，内標準溶液 15 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 75 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (15 / V)$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

溶 出 性　別に規定する．

定 量 法　本品の表示量に従い「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約 0.6 g（力価）に対応する量をとり，水 20 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール 80 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後，メタノール/水混液（4：1）を加えて正確に 200 mL とし，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 15 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 75 mL とし，試料溶液とする．別に，セフカペンピボキシル塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン（$C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$）の量［mg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 30$

W_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

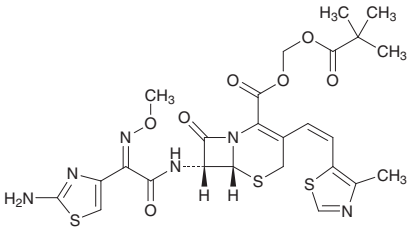
内標準溶液　*p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液（1：1）溶液（7 → 4000）

貯 法 容 器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル

Cefditoren Pivoxil

セフジトレンピボキシル



$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$：620.72

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(1*Z*)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*117467-28-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 770

～ 820 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 mg を塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL に溶かし，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品 1 mg をとり，希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次に，アミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフジトレンピボキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 50）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.1 ppm 付近，δ 2.4 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を，δ 6.4 ppm 付近及び δ 6.7 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル D 及び E を，δ 8.6 ppm 付近に単一線のシグナル F を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D：E：F はほぼ 9：3：3：1：1：1 である．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（231 nm）：340 ～ 360（50mg，メタノール，2500 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－45 ～ －52°（50 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　別に規定する．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

定 量 法　本品及びセフジトレンピボキシル標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル 40 mL に溶かし，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，アセトニトリルを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム 1.58 g を水 900 mL に溶かし，薄めたギ酸（1 → 250）を用いて pH 6.0 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 450 mL にアセトニトリル 275 mL 及びメタノール 275 mL を加える．

流量：セフジトレンピボキシルの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフジトレンピボキシルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル細粒

Cefditoren Pivoxil Fine Granules

セフジトレンピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）を含む．

製　法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，アセトニトリル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 1 mL にアセトニトリルを加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 230 ～ 234 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.5 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

粒　度〈*6.03*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル（3 → 4）70 mL を加えて激しく振り混ぜる．この液に，内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリルを加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル錠

Cefditoren Pivoxil Tablets

セフジトレンピボキシル錠

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58）を含む．

製　法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフジトレンピボキシル」35 mg（力価）に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 229 ～ 233 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，崩壊試験第 1 液 12.5 mL を加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル 25 mL を加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．表示量に従い「セフジトレンピボキシル」約 20 mg（力価）に対応する容量 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（3 → 4）を加えて 50 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (50 / V)$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セフジトレンピボキシル」約 11 μg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 22 mg（力価）を精密に量り，薄めたアセトニトリル（3 → 4）20 mL に溶かした後，溶出試験第 1 液を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 85 % 以上である．

セフジトレンピボキシル（$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］
C：1 錠中のセフジトレンピボキシル（$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$）の表示量［mg(力価)］

定 量 法　本品の表示量に従い「セフジトレンピボキシル」0.5 g（力価）に対応する量をとり，崩壊試験第 1 液 63 mL を加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル 125 mL を加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（3 → 4）を加えて 50 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル 20 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン（$C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 25$

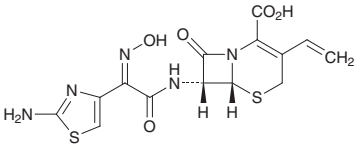
W_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 200）

貯　法　容　　器　気密容器．

セフジニル

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(hydroxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*91832-40-5*]

本品は定量するとき，1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶ける．

確認試験

（1）　本品及びセフジニル標準品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフジニル標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルとセフジニル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液（4：1）溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 5.0 ～ 6.1 ppm 及び δ 6.4 ～ 7.5 ppm にそれぞれ多重線のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 2：1 である．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（287 nm）：570 ～ 610（50 mg，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，5000 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]^{20}_{D}$：－58 ～ －66°（0.25 g，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品約0.1 gをとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液 3 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，面積百分率法でセフジニルのピークに対する相対保持時間 1.5 の E-異性体のピーク面積は 0.8 % 以下であり，セフジニル以外のピークの合計面積は 3.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．

移動相 B：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 500 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL 及びメタノール 200 mL を加え，更に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配を制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 2	95	5
2 ～ 22	95 → 75	5 → 25
22 ～ 32	75 → 50	25 → 50
32 ～ 37	50	50
37 ～ 38	50 → 95	50 → 5
38 ～ 58	95	5

流量：毎分 1.0 mL．この条件でセフジニルの保持時間は約 22 分である．

面積測定範囲：試料溶液注入後 40 分間

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 10 mL とし，この液 10 μL から得たセフジニルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：セフジニル標準品 0.03 g 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 2 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3 mL に溶かし，pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し，セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3 の相対保持時間は 1.09 以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 7000 段以上，3.0

以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える．この液 900 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 60 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：セフジニルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：セフジニル標準品 2 mg 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 5 mg をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 2 とセフジニルの分離度が 1.2 以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフジニルカプセル

Cefdinir Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41）を含む．

製　法　本品は「セフジニル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，表示量に従い「セフジニル」10 mg（力価）に対応する量をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え，1 分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液 2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ～ 225 nm 及び 285 ～ 289 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg カプセルでは 30 分後，100 mg カプセルでは 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中に「セフジニル」約 56 μg（力価）を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 28 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg カプセルの 30 分間の溶出率は 80 % 以上及び 100 mg カプセルの 45 分間の溶出率は 75 % 以上である．

「セフジニル」の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

C：1 カプセル中のセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の表示量［mg(力価)］

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液　20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，必要ならば少量

のジエチルエーテルを用いてよく洗浄し，室温に放置して付着したジエチルエーテルを揮散させた後，その質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

セフジニル細粒
Cefdinir Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41）を含む．

製　法　本品は「セフジニル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品の表示量に従い「セフジニル」10 mg（力価）に対応する量をとり，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え，1 分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液 2 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ～ 225 nm 及び 285 ～ 289 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 28 mg（力価）に対応する量を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフジニルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 75 % 以上である．

「セフジニル」の表示量に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 360$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のセフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の表示量［mg(力価)］

試験条件
「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液　20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は　1.0 % 以下である．

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフジニル」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

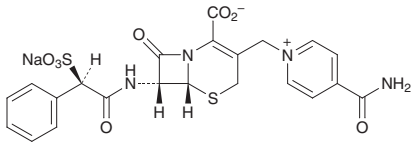
セフジニル（$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 5$

W_S：セフジニル標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

セフスロジンナトリウム

Cefsulodin Sodium



$C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$：554.53

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*52152-93-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフスロジン（$C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$：532.55）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフスロジンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 7.3 ～ 7.7 ppm に多重線のシグナル A を，δ 8.4 ppm 付近及び δ 9.1 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 5：2：2 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16.5 ～ ＋20.0°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 4.8 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）10 mL を加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL を加え，注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱し，灰化する．もし，この方法で炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 6 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸 3 滴で潤し，熱湯 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かす．次に，アンモニア試液を滴加し，pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL 及び硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）10 mL をとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硝酸 2 mL を加え，注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱する．冷後，残留物に塩酸 6 mL を加え，以下検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）及び塩酸 3 mL の代わりに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）及び希塩酸 15 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にイソニコチン酸アミド約 20 mg 及びセフスロジンナトリウム標準品約 20 mg（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，類縁物質の量を次式により求めるとき，イソニコチン酸アミドは 1.0 % 以下，その他の類縁物質の合計は 1.2 % 以下である．

イソニコチン酸アミドの量（%）

$= (A / B_I) \times (W_I / W_T) \times 5$

その他の類縁物質の合計量（%）

$= (B / B_S) \times (W_S / W_T) \times 5$

A：試料溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B：試料溶液から得たセフスロジン及びイソニコチン酸アミド以外のピークのピーク面積の和

B_I：標準溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B_S：標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積

W_T：本品の秤取量（g）

W_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量（g）

W_I：イソニコチン酸アミドの秤取量（g）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液　硫酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトニトリル混液（97：3）

B 液　硫酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトニトリル混液（92：8）

試料注入後，14 分で A 液から B 液に切り替える．

流量：セフスロジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフスロジンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が，標準溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれぞれのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行い，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセフスロジンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のセフスロジンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

セフスロジン（$C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 100)/アセトニトリル混液（97：3）

流量：セフスロジンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：イソニコチン酸アミド 40 mg を標準溶液 25 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

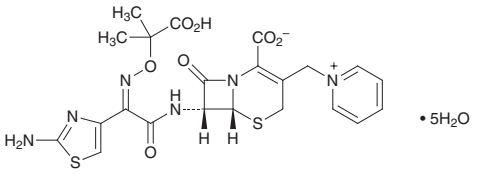
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

セフタジジム水和物

Ceftazidime Hydrate

セフタジジム



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$：636.65

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-1-methylethoxyimino)acetylamino]-3-(pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate ［*78439-06-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム（$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の pH 6.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフタジジム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフタジジム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.05 g をとり，乾燥炭酸ナトリウム 5 mg を加え，核磁気共鳴スペクトル測定用重水 0.5 mL に溶かし，この液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近及び δ 6.9 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A 及び B を，δ 7.9 ～ 9.2 ppm に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 6：1：5 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－28 ～ －34°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.5 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を，無水リン酸水素二ナトリウム 5 g 及びリン酸二水素カリウム 1 g を水に溶かして 100 mL とした液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.20 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質

（i） トリチル-*t*-ブチル体及び *t*-ブチル体 本品 0.10 g を薄めたリン酸水素二ナトリウム試液（1 → 3）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液（1 → 3）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸 *n*-ブチル/酢酸（100）/pH 4.5 の酢酸塩緩衝液/1-ブタノール混液（16：16：13：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットより上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（ii） その他の類縁物質 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフタジジム以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 5.0 g を水 750 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.5 に調整した後，水を加えて 870 mL とする．この液にアセトニトリル 130 mL を加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフタジジムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 5 mL とする．この液 5 μL から得たセフタジジムのピーク面積が標準溶液のセフタジジムのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びアセトアニリド 0.01 g ずつを移動相 20 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（5） 遊離ピリジン 本品約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にピリジン約 0.1 g を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，遊離ピリジンの量は 0.3 % 以下である．

$$\text{遊離ピリジンの量（mg）} = W_S \times (H_T / H_S) \times (1 / 1000)$$

W_S：ピリジンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 2.88 g を水 500 mL に溶かし，アセトニトリル 300 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とし，アンモニア水（28）を加えて pH を 7.0 に調整する．

流量：ピリジンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μL から得たピリジンのピーク高さが記録計フルスケールの約 50 % になることを確認する．

システムの性能：セフタジジム 5 mg をピリジンの移動相溶液（1 → 20000）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 13.0 ～ 15.0 %（0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定量法 本品及びセフタジジム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフタジジム（$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフタジジム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ジメドンの pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（11 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 4.26 g 及びリン酸二水素カリウム 2.72 g を水 980 mL に溶かし，アセトニトリル 20 mL を加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

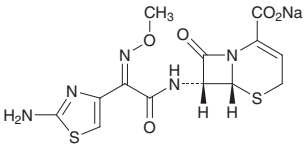
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフチゾキシムナトリウム

Ceftizoxime Sodium



$C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$：405.38

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*68401-82-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 925 ～ 965 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフチゾキシム（$C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$：383.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 63000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.3 ppm 付近に多重線のシグナル B を，δ 7.0 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+125 ～ +145°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.11 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の 0.5 % 以下であり，セフチゾキシム以外のピークの合計面積はセフチゾキシムのピーク面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.31 g 及びクエン酸一水和物 1.42 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）又は希水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.6 に調整する．この液 200 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフチゾキシムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液 1 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし，この液 5 μL から得たセフチゾキシムのピーク面積が，検出確認用溶液のセフチゾキシムのピーク面積の 7 ～ 13 % になるこ

とを確認する．

システムの性能：セフチゾキシム標準品約 10 mg を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシムのピークの理論段数，シンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上及び 2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフチゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 8.5 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフチゾキシム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフチゾキシム（$C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフチゾキシム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 3-ヒドロキシ安息香酸の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（3 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.31 g 及びクエン酸一水和物 1.42 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）又は希水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.6 に調整する．この液 450 mL にアセトニトリル 50 mL を加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7.0 以上であり，それぞれのピークのシンメトリー係数は 2 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

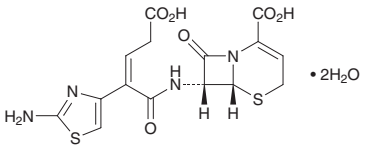
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフチブテン水和物

Ceftibuten Hydrate

セフチブテン



$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$：446.46

(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate ［*118081-34-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフチブテン（$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$：410.42）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により測定するとき，波数 3249 cm^{-1}，1772 cm^{-1}，1700 cm^{-1}，1651 cm^{-1} 及び 1544 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 30）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 3.2 ppm 付近及び δ 5.1 ppm 付近に二重線のシグナル A 及び B を，δ 5.8 ppm 付近に四重線のシグナル C を，δ 6.3 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，δ 3.2 ppm 付近のシグナルを除く各シグナルの面積強度比 B：C：D はほぼ 1：1：1 である．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（263 nm）：320 ～ 345（脱水物に換算したもの 20 mg，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，1000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：＋135 ～ ＋155°（脱水物に換算したもの 0.3 g，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　別に規定する．

水　分〈2.48〉 8.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ピリジン/水分測定用エチレングリコール混液（5：1）を用いる）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液約 36 mL を加え，更に内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，振り混ぜて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．試料溶液及び標準溶液は 5 ℃ 以下に保存し，2 時間以内に使用する．

セフチブテン（$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：263 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.005 mol/L 臭化 *n*-デシルトリメチルアンモニウム試液/アセトニトリル混液（4：1）

流量：セフチブテンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 5 mg を 1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，室温で 4 時間放置する．この液 10 mL を量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 25 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

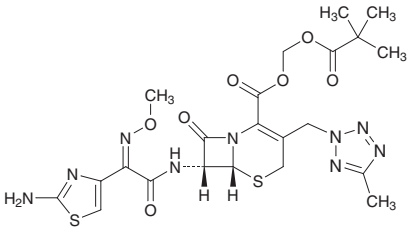
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル

Cefteram Pivoxil

セフテラムピボキシル



$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$：593.64

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*82547-58-8*, セフテラム]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 743 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.05 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.2 ppm 付近，δ 2.5 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋35 ～ ＋43°（脱水物に換算したもの 0.4 g，メタノール，20 mL，100 mm）.

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（3） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 1.25 倍より大き

くなく，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 0.25 倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 2.75 倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数 0.74 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たセフテラムピボキシルのピーク面積が標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 3.0 % 以下（0.3 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かし，次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 100 mL 及びアセトニトリル 375 mL に水を加えて 1000 mL とする．

流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約 14 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフテラムピボキシルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル細粒

Cefteram Pivoxil Fine Granules

セフテラムピボキシル細粒

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するセフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49）を含む．

製　法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，散剤の製法により微粒状に製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えてよく振りまぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.05 mol/L 塩酸・メタノール試液を加えて 500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ～ 266 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」0.1 g（力価）に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 100 mL とする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.9 のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 1.75 倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 0.68 倍より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の 3.7 倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約 0.1 のピーク面積には 0.74 の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験（3）の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験（3）のシステム適合性を準用する．

水　分〈2.48〉 0.3 % 以下（0.1 g（力価），電量滴定法）.

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する.

溶 出 性 別に規定する.

粒　度〈6.03〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品を必要ならば粉末とし，表示量に従い「セフテラムピボキシル」約 0.3 g（力価）に対応する量をとり，その質量を精密に量り，内標準溶液 30 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 300 mL とする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル（1 → 2）20 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（1 → 2）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

セフテラム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 6$

W_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

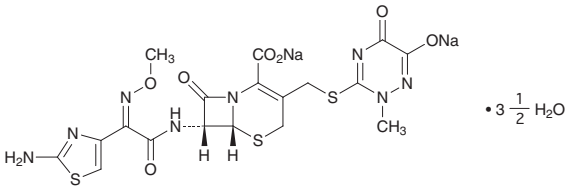
「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を準用する.

貯　法　容　　器　気密容器.

セフトリアキソンナトリウム水和物

Ceftriaxone Sodium Hydrate

セフトリアキソンナトリウム



$C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：661.60

Disodium（6*R*,7*R*）-7-［(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino］-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo［4.2.0］oct-2-ene-2-carboxylate hemiheptahydrate［*104376-79-6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 905 ～ 935 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフトリアキソン（$C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$：554.58）としての量を質量（力価）で示す.

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である.

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフトリアキソンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近，δ 3.8 ppm 付近，δ 6.7 ppm 付近及び δ 7.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：3：1：2 である．なお，δ 3.5 ppm 付近のシグナルが水のシグナルと重なる場合は，プローブ温度を約 50 ℃に保ち，測定を行う.

（3） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する.

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－153 ～ －170°（脱水物に換算したもの 50 mg，水，2.5 mL，20 mm）.

pH〈2.54〉 本品 0.6 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である.

純度試験

（1） 溶状　本品 0.6 g を水 5 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である.

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(20 ppm 以下).

(3) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 1 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンに対する相対保持時間が約 0.5 の不純物 1 のピーク面積及び相対保持時間約 1.3 の不純物 2 のピーク面積は標準溶液のセフトリアキソンのピーク面積より大きくない．ただし，不純物 1 及び不純物 2 のピーク面積は自動積分法で測定した面積にそれぞれ感度係数 0.9 及び 1.2 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かす．この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 200 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg を水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) に溶かして 5 mL とする．この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) 溶液 (9 → 5000) 5 mL を加え，更に水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) を加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

(5) 類縁物質 2 本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．また，これらの不純物のピークの合計面積は標準溶液のピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かして正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かす．この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 700 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たセフトリアキソンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) に溶かして 5 mL とする．この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11：9) 溶液 (9 → 5000) 5 mL を加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液 (23：11) を

加えて 200 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 8.0 ～ 11.0 %（0.15 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフトリアキソンナトリウム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフトリアキソン（$C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフトリアキソンナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　テレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（11：9）溶液（9 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリン酸二水素カリウム 3.522 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とし，A 液とする．クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とし，B 液とする．臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 4.00 g を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 450 mL に溶かし，この液に水 490 mL，A 液 55 mL 及び B 液 5 mL を加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフトリアキソンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

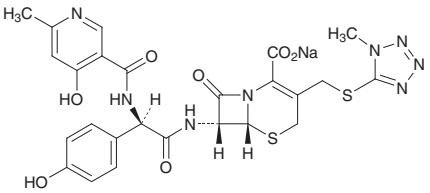
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフピラミドナトリウム

Cefpiramide Sodium



$C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$：634.62

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*74849-93-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 990 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフピラミド（$C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$：612.64）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.3 ppm 付近，δ 3.9 ppm 付近及び δ 8.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33 ～ −40°（脱水物に換算したもの 0.2 g，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品約 25 mg を精密に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にデシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥した液体クロマトグラフィー用 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 25 mg 及びセフピラミド標準品約 75 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液を加え，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールは 1.0 % 以下であり，その他の個々の類縁物質は 1.5 % 以下であり，その他の類縁物質の合計は 4.0 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_2H_4N_4S$）の量（%）
$= (W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa})$

その他の個々の類縁物質の量（%）
$= (W_{Sb} / W_T) \times (A_{Tc} / A_{Sb})$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）
W_{Sb}：セフピラミド標準品の秤取量［mg(力価)］
W_T：本品の秤取量（mg）
A_{Sa}：標準溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
A_{Sb}：標準溶液のセフピラミドのピーク面積
A_{Ta}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
A_{Tc}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：セフピラミドの保持時間が約 11 分になるように調整する．
面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，pH 7.5 の 0.03 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 μL から得た 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．
システムの性能：セフピラミド標準品 25 mg 及びケイ皮酸 7 mg をとり，移動相に溶かし，50 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ケイ皮酸，セフピラミドの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 7.0 % 以下（0.35 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフピラミド標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフピラミド（$C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

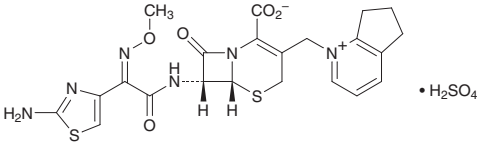
W_S：セフピラミド標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　4-ジメチルアミノアンチピリン溶液（1 → 100）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 6.8 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液（22：1：1：1）
流量：セフピラミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフピラミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，5 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

セフピロム硫酸塩

Cefpirome Sulfate
硫酸セフピロム



$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$：612.66
(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[*b*]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate
[*98753-19-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 760 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフピロム（$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$：514.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 10 mg を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL を加え，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品 1 mg を水 4 mL に溶かし，氷冷しながら希塩酸 1 mL を加え，新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL を加え，2 分間放置する．更に，氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加え，1 分間放置した後，*N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液（1 → 1000）1 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 5 mg をとり，エタノール（95）1 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし，1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 ～ 3 滴及びエタノール（95）3 mL を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（4）　本品及びセフピロム硫酸塩標準品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフピロム硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 25）につき，3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 4.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 5.9 ppm 付近に二重線のシグナル B を，δ 7.1 ppm 付近に単一線のシグナル C を，δ 7.8 ppm 付近に多重線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：1 である．

（6）　本品の水溶液（1 → 250）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（270 nm）：405 ～ 435（脱水物に換算したもの 50 mg，0.01 mol/L 塩酸試液，2500 mL）．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－27 ～ －33°（脱水物に換算したもの 0.5 g，アセトニトリル 25 mL に水を加えて 50 mL とした液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.6 ～ 2.6 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

（5）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びセフピロム硫酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフピロムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフピロム（$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフピロム硫酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 °C 付近の一定温度
移動相：リン酸二水素アンモニウム 3.45 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH 3.3 に調整する．この液 800 mL にアセトニトリル 100 mL を加える．
流量：セフピロムの保持時間が約 7.5 分になるように調整する．

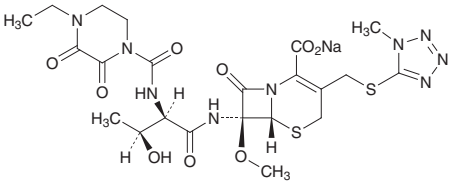
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフピロムのピークの理論段数は 3600 段以上である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフピロムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　2 ～ 8 °C で保存する．
容　　器　密封容器．

セフブペラゾンナトリウム

Cefbuperazone Sodium



$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$：649.63

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{(2*R*,3*S*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-3-hydroxybutanoylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*76648-01-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフブペラゾン（$C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$：627.65）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.1 g に核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン 0.5 mL 及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水 1 滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.1 ppm 付近に三重線のシグナル A を，δ 1.6 ppm 付近及び δ 5.1 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48 ～ ＋56°（脱水物に換算したもの 0.4 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 4 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の 50 倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 0.2 の類縁物質Ⅰは 2.0 % 以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 0.6 の類縁物質Ⅱは 4.5 % 以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間が約 1.6 の類縁物質Ⅲは 1.0 % 以下である．また，類縁物質の合計面積は 6.0 % 以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅢのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数 0.72 及び 0.69 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 25 μL から得たセフブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフブペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフブペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下　（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフブペラゾン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフブペラゾン（$C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフブペラゾン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（83：13：4）1000 mL に臭化テトラ *n*-プロピルアンモニウム 2.0 g を溶かす．

流量：セフブペラゾンの保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフブペラゾンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

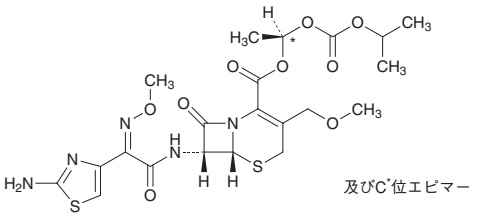
保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil

セフポドキシムプロキセチル



$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$：557.60

(1*RS*)-1-[(1-Methylethyl)carbonyloxy]ethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-methoxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*87239-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 706 ～ 774 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフポドキシム（$C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡褐白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.3 ppm 付近及び δ 1.6 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル A 及び B を，δ 3.3 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 2：1：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+24.0 ～ +31.4°（脱水物に換算したもの 0.1 g，アセトニトリル，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）20 μL につき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．面積百分率法により類縁物質の量を求めるとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B に対する相対保持時間が約 0.8 のピークは 2.0 % 以下，セフポドキシムプロキセチル以外のその他の個々のピークはそれぞれ 1.0 % 以下であり，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計は 6.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：22 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/メタノール/ギ酸溶液（1 → 50）混液（11：8：1）．

移動相 B：メタノール/ギ酸溶液（1 → 50）混液（19：1）．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 65	95	5
65 ～ 145	95 → 15	5 → 85
145 ～ 155	15	85

流量：セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の保持時間が約 60 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフポドキシムプロキセチルの異性体 B の保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）を加えて正確に 200 mL とし，検出の確認用溶液とする．検出の確認用溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たセフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及び異性体 B のそれ

ぞれのピーク面積が検出の確認用溶液のセフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及び異性体 B のそれぞれのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：本品 1 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：本品 1 mg を水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（99：99：2）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A 及びセフポドキシムプロキセチルの異性体 B のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

異性体比　定量法の試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，セフポドキシムプロキセチルの 2 本に分離した異性体の保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$ は 0.50 ～ 0.60 である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約 60 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル 80 mL に溶かし，内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{S1}，並びに Q_{T2} 及び Q_{S2} を求める．

セフポドキシム（$C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$）の量［μg(力価)］

$$= W_S \times \{(Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2})\} \times 1000$$

W_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル 0.3 g をクエン酸一水和物のアセトニトリル溶液（1 → 2000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（11：9）

流量：内標準物質の保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体 A，セフポドキシムプロキセチルの異性体 B の順に溶出し，2 種の異性体の分離度は 4 以上である．

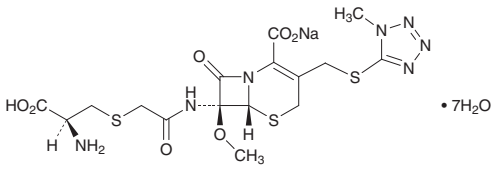
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体 B のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セフミノクスナトリウム水和物

Cefminox Sodium Hydrate

セフミノクスナトリウム



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7\ H_2O$：667.66

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{2-[(2*S*)-2-amino-2-carboxyethylsulfanyl]acetylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate

[*75498-96-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフミノクス（$C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$：519.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフミノクスナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 →

30）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.2 ppm 付近に多重線のシグナル A を，δ 3.5 ppm 付近に単一線のシグナル B を，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル C を，δ 5.1 ppm 付近に単一線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 2：3：3：1 である．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は，ナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋62 ～ ＋72°（50 mg，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.70 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

水 分〈2.48〉 18.0 ～ 20.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiiを用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii） 標準溶液 セフミノクスナトリウム標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

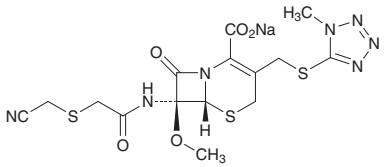
（iv） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 40 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

（v） 操作法 培養は 32 ～ 35 ℃ で行う．

貯 法 容 器 密封容器．

セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$：493.52

Monosodium（6*R*,7*R*）-7-{[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*56796-20-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 860 ～ 965 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフメタゾール（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，テトラヒドロフランに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.6 ppm 付近，δ 4.1 ppm 付近及び δ 5.2 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4）本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋73 ～ ＋85°（0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 6.2 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g を量り，水 2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，

水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）とする．別に 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール 0.10 g を量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，速やかに薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くなく，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフメタゾール標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 1 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフメタゾール（$C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフメタゾール標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 5.75 g を水 700 mL に溶かす．この液にメタノール 280 mL，テトラヒドロフラン 20 mL，40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 3.2 mL を加え，リン酸で pH 4.5 に調整する．

流量：セフメタゾールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフメタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

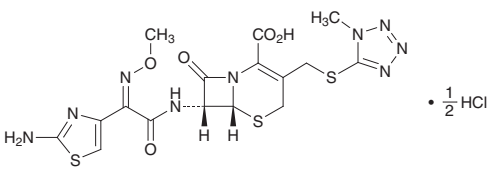
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

セフメノキシム塩酸塩

Cefmenoxime Hydrochloride

塩酸セフメノキシム



$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3 \cdot \frac{1}{2}HCl$：529.79

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride ［*75738-58-8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 890 ～ 975 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフメノキシム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$：511.56）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡だいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 3.9 ppm 付近に 2 つの単一線のシグナル A 及び B を，δ 6.8 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：3：1 である．

（4） 本品 10 mg をとり，薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 20）1 mL を加えて溶かした後，酢酸（100） 5 mL 及び硝酸銀試液 2 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－27 ～ －35°（1 g，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 150 mL に溶かした液の pH は 2.8 ～ 3.3 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 4）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により

操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加える（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（1）とする．別にセフメノキシム塩酸塩標準品約 0.1 g を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを正確にとり，調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及び総類縁物質の量を求めるとき，それぞれ 1.0 % 以下及び 3.0 % 以下である．

1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量（%）

$$= (W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times 20$$

総類縁物質の量（%）

$$= \{(W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times 20\} + \{(W_{Sb} / W_T) \times (S_T / A_{Sb}) \times 5\}$$

W_{Sa}：1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（g）

W_{Sb}：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

A_{Sa}：標準溶液（1）の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積

A_{Sb}：標準溶液（2）のセフメノキシムのピーク面積

A_{Ta}：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積

S_T：試料溶液の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフメノキシムの保持時間の 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得た 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液（1）の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 4.5 ～ 5.5 % になることを確認する．次いで標準溶液（2）2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たセフメノキシムのピーク面積が，標準溶液（2）のセフメノキシムのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液（1）10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法 本品及びセフメノキシム塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かした後，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフメノキシム（$C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$）の量［μg(力価)］

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$$

W_S：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 フタルイミドのメタノール溶液（3 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（50：10：1）

流量：セフメノキシムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフメノキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.3 以上である．

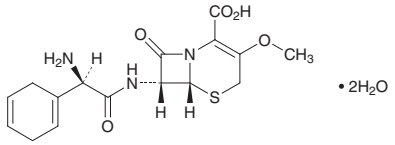
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメノキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

セフロキサジン水和物

Cefroxadine Hydrate

セフロキサジン



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$：401.43

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-dienylacetylamino]-3-methoxy-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*51762-05-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 930 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフロキサジン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粒又は粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は 0.001 mol/L 塩酸試液又は希酢酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.001 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 2.8 ppm 付近，δ 4.1 ppm 付近及び δ 6.3 ppm 付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナル A，B 及び C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 4：3：1 である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+95 ～ +108°（脱水物に換算したもの 0.1 g，薄めた酢酸（100）（3 → 25），100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 2 mL を加えて注意して加熱した後，500 ～ 600 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸 3 滴で潤し，熱湯 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加して pH 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水 10 mL で洗い，洗液及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキサジンに対する相対保持時間が約 0.07，0.6 及び 0.8 のそれぞれのピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 2 倍，4 倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 1/2 より大きくなく，かつ試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 6 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 1.4 g を水/アセトニトリル混液（489：11）1000 mL に溶かす．

流量：セフロキサジンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 40 μL から得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 3 mg 及びオルシン 15 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　8.5 ～ 12.0 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びセフロキサジン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを希酢酸/リン酸混液（500：1）に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，希酢酸/リン酸混液（500：1）を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフロキサジン（$C_{16}H_{19}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：セフロキサジン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　バニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし，希酢酸/リン酸混液（500：1）を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液（1 → 50)/アセトニトリル混液（97：3）

流量：セフロキサジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

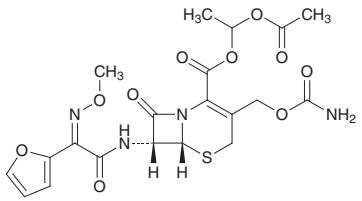
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキサジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

セフロキシム　アキセチル

Cefuroxime Axetil

セフロキシムアキセチル



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$：510.47

(1*RS*)-1-Acetoxyethyl (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64544-07-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱アセトン物 1 mg 当たり 800 ～ 850 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムアキセチル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二重線又は一対の二重線のシグナル A を，δ 2.1 ppm 付近に一対の単一線のシグナル B を，δ 3.9 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 1：1：1 である．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+41 ～ +47°（0.5 g，メタノール，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 25 mg をメタノール 4 mL に溶かした後，リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 40 mL を加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外の各々のピーク面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 4 mL を加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 μL から得たセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積が標準溶液のセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） アセトン　本品約 1 g を精密に量り，内標準溶液 0.2 mL を正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にアセトン約 0.5 g を精密に量り，ジメチルスルホキシドを加えて正確に 100 mL とする．この液 0.2 mL を正確に量り，内標準溶液 0.2 mL を正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，アセトンの量は 1.3 % 以下である．

アセトンの量（%）＝（W_S / W_T）×（Q_T / Q_S）× 0.2

W_S：アセトンの秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　1-プロパノールのジメチルスルホキシド溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 600 及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 1500 を 1：1 の割合で混合したものを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：115 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，内標準物質の順に流出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 2.0 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

異性体比　定量法の試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき，$A_b/(A_a + A_b)$ は 0.48 ～ 0.55 である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品及びセフロキシムアキセチル標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にメタノール 5 mL を加えた後，リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$）の量［μg(力価)］
＝ W_S ×（Q_T / Q_S）× 1000

W_S：セフロキシムアキセチル標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドのメタノール溶液（27 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：278 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液（23 → 1000）/ メタノール混液（5：3）

流量：セフロキシムアキセチルの 2 つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフロキシムアキセチルの順に溶出し，セフロキシムアキセチルの 2 つのピークの分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフロキシムアキセチルの 2 つのピークの合計面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

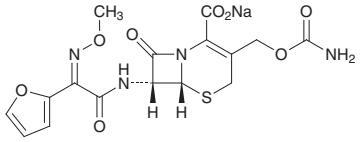
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

セフロキシムナトリウム

Cefuroxime Sodium



$C_{16}H_{15}N_4NaO_8S$：446.37

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate [*56238-63-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキシムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 4.0 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 6.6 ppm 付近に四重線のシグナル B を，δ 6.9 ppm 付近及び δ 7.7 ppm 付近にそれぞれ二重線のシグナル C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：1：1：1 である．

（4） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+59 ～ +66°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 450 nm における吸光度は 0.25 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 25 mg を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシム以外のピークの面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキシム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，セフロキシムの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たセフロキシムのピーク面積が，標準溶液のセフロキシムのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 4.0 % 以下（0.4 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びセフロキシムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のセフロキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

セフロキシム（$C_{16}H_{16}N_4O_8S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：セフロキシムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：273 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 125 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 0.68 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 990 mL にアセトニトリル 10 mL を加える．

流量：セフロキシムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液を 60 ℃ で 10 分間放置し，冷後，この液 20 μL につき，速やかに上記の条件で操作するとき，セフロキシムのピークとセフロキシムに対する相対保持時間が約 0.7 のピークの分離度は

2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

セラセフェート

Cellulose Acetate Phthalate

酢酸フタル酸セルロース

Cellulose acetate benzene-1,2-dicarboxylate ［*9004-38-0*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である．

本品は定量するとき，換算した遊離酸を含まない脱水物に対し，アセチル基（$-COCH_3$：43.04）21.5 ～ 26.0 % 及びカルボキシベンゾイル基（$-COC_6H_4COOH$：149.12）30.0 ～ 36.0 % を含む．

◆性 状 本品は白色の粉末又は粒である．

本品はアセトンに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆セラセフェート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘 度〈*2.53*〉 本品の換算した脱水物 15 g に対応する量を正確に量り，アセトンと水の質量比で 249：1 の混液 85 g を加えて溶かし，25±0.2 ℃ で第 1 法により測定した本品の動粘度の値 ν と別に比重及び密度測定法〈*2.56*〉により測定した本品の密度の値 ρ から，$\eta = \rho\nu$ により本品の粘度 η を計算するとき，45 ～ 90 mPa·s である．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（2） 遊離酸 本品約 3 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，薄めたメタノール（1 → 2）100 mL を加え，密栓して 2 時間振り混ぜた後，ろ過する．共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール（1 → 2）10 mL ずつで 2 回洗い，洗液及びろ液を合わせ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．薄めたメタノール（1 → 2）120 mL を用いて空試験を行い，補正する．

遊離酸の量（%）＝（0.8306 × A）/ W

A：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

遊離酸の量はフタル酸（$C_8H_6O_4$：166.13）として 3.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール（99.5）/ジクロロメタン混液（3：2）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） カルボキシベンゾイル基 本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）/アセトン混液（3：2）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基（$C_8H_5O_3$）の含量（%）

$$= \frac{\dfrac{1.491 \times A}{W} - (1.795 \times B)}{100 - B} \times 100$$

A：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量（%）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

（2） アセチル基 本品約 0.1 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，これに還流冷却器を付け，30 分間煮沸する．冷後，フェノールフタレイン試液 5 滴を加え，0.1 mol/L 塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．

遊離酸及び結合酸のアセチル基（C_2H_3O）としての含量（%）

$= 0.4305A / W$

A：空試験で補正後の消費された 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の量（mL）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

アセチル基（C_2H_3O）の含量（%）

$= [\{100 \times (P - 0.5182B)\} / (100 - B)] - 0.5772C$

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量（%）

C：カルボキシベンゾイル基の含量（%）

P：遊離酸及び結合酸のアセチル基（C_2H_3O）としての含量（%）

貯 法 容 器 気密容器．

ゼラチン
Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性　状　本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5 ～ 10 倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点は pH 7.0 ～ 9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点は pH 4.5 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に酸化クロム（Ⅵ）試液又は 2,4,6-トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1）　異臭及び不溶物　本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かすとき，液は不快臭がない．また，この液は澄明であるか，又は濁ることがあってもわずかであり，その色は色の比較液 A より濃くない．

（2）　亜硫酸塩　本品 20.0 g を丸底フラスコにとり，熱湯 150 mL に溶かし，シリコン樹脂 3 ～ 5 滴，リン酸 5 mL 及び炭酸水素ナトリウム 1 g を加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液 50 mL を入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液 50 mL を得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液 2 mL を加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，水で洗い，強熱するとき，残留物は 4.5 mg 以下である．ただし，カプセル又は錠剤の製法に用いるものは 75 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 15.0 g をフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 5）60 mL を加え，加熱して溶かし，臭素試液 15 mL を加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.5 g を加えて放冷し，マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL ずつで 5 回洗い，薄めた塩酸（1 → 4）に溶かし正確に 50 mL とする．この液 5 mL につき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液 15 mL を用い，同様に操作する（1 ppm 以下）．

（5）　水銀　本品 2.0 g を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し 2 時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約 60 ℃ に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）5 mL を加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約 20 分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 150 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.1 ppm 以下）．

乾燥減量　15.0 % 以下．本品約 1 g を，110 ℃ で 3 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を入れた質量既知の 200 mL のビーカーに精密に量り，水 20 mL を加え，時々よく振り混ぜ，30 分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110 ℃ で 3 時間乾燥する．

強熱残分〈*2.44*〉　2.0 % 以下（0.5 g）．

貯　法　容　器　気密容器．

精製ゼラチン
Purified Gelatin

本品は動物の骨，皮膚，じん帯又はけんを酸又はアルカリで処理して得た粗コラーゲンを水で加熱抽出して製したものである．

性　状　本品は無色～淡黄色の薄板，細片，粒又は粉末で，におい及び味はない．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に溶けないが，水を加えるとき，徐々にふくれて軟化し，5 ～ 10 倍量の水を吸収する．

酸処理して得た本品の等電点は pH 7.0 ～ 9.0，また，アルカリ処理して得た本品の等電点は pH 4.5 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に酸化クロム（Ⅵ）試液又は 2,4,6-トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 5000）5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

純度試験

（1）　異臭及び不溶物　本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かすとき，液は無色澄明であり，不快臭がない．ただし，液層は 20 mm とする．

（2）　亜硫酸塩　本品 20.0 g を丸底フラスコにとり，熱湯 150 mL に溶かし，シリコン樹脂 3 ～ 5 滴，リン酸 5 mL 及び炭酸水素ナトリウム 1 g を加え，直ちに冷却器を付け，受器にはヨウ素試液 50 mL を入れ，冷却器の先端をその液中に入れ，留液 50 mL を得るまで蒸留する．留液に塩酸を滴加して酸性とし，塩化バリウム試液 2 mL を加え，水浴上で加熱し，ヨウ素試液の色が消えたとき，沈殿をろ取し，

水で洗い，強熱するとき，残留物は 1.5 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 15.0 g をフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 5）60 mL を加え，加熱して溶かし，臭素試液 15 mL を加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.5 g を加えて放冷し，マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL ずつで 5 回洗い，薄めた塩酸（1 → 4）に溶かし正確に 50 mL とする．この液 5 mL につき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液 15 mL を用い，同様に操作する（1 ppm 以下）．

（5） 水銀 本品 2.0 g を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加えた後，還流冷却器を付け，静かに加熱し 2 時間煮沸する．この間に溶液が澄明になった場合は液温を約 60 ℃ に下げ，更に過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）5 mL を加え，再び煮沸し，二酸化マンガンの沈殿が約 20 分間持続するまで，この操作を繰り返す．冷後，二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて正確に 150 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法（冷蒸気方式）〈2.23〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ（Ⅱ）・硫酸試液 10 mL を加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_T とする．別に水銀標準液 2.0 mL を分解フラスコにとり，薄めた硫酸（1 → 2）20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）100 mL を加え，試料溶液と同様に操作し，吸光度を測定し，A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（0.1 ppm 以下）．

乾燥減量 15.0 % 以下． 本品約 1 g を，110 ℃ で 3 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を入れた質量既知の 200 mL のビーカーに精密に量り，水 20 mL を加え，時々よく振り混ぜ，30 分間放置後，時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，110 ℃ で 3 時間乾燥する．

強熱残分〈2.44〉 2.0 % 以下（0.5 g）．

貯 法 容 器 気密容器．

精製セラック
Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr（*Coccidae*）の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である．

性 状 本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で，堅くてもろく，つやがあり，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸 価〈1.13〉 60 ～ 80 本品約 1 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（3） エタノール不溶物 本品約 5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ 105 ℃ で 2 時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール（95）で 3 時間抽出し，円筒ろ紙を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物の量は 2.0 % 以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（4） ロジン 本品 2.0 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル 50 mL を徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水 50 mL ずつで 2 回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素/フェノール混液（2：1）2 mL に溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素/臭素混液（4：1）を満たし，直ちに 1 枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は 1 分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（5） ワックス 本品 10.0 g に炭酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 200）150 mL を加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に 2 時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで 65 ℃ で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで 2 時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量 2.0 % 以下． 本品の中末約 1 g を精密に量り，初め 40 ℃ で 4 時間，次にデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 15 時間乾燥する．

灰 分〈5.01〉 1.0 % 以下（1 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

白色セラック
White Shellac

本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr（*Coccidae*）の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である．

性 状 本品は黄白色～淡黄色の粒で，堅くてもろく，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，石油エーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸　価〈*1.13*〉　65 ～ 90　ただし，本品約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，「精製セラック」の酸価を準用する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.40 g にエタノール（95）5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水 40 mL を加え，冷後，希硝酸 12 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL にエタノール（95）2.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.140 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.40 g にエタノール（95）5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水 40 mL を加え，冷後，希塩酸 2 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL にエタノール（95）2.5 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.110 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（5 ppm 以下）．

（5）　エタノール（95）不溶物　本品約 5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ 105 ℃ で 2 時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール（95）で 3 時間抽出し，円筒ろ紙を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，残留物の量は 2.0 % 以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（6）　ロジン　本品 2.0 g にエタノール（99.5）10 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながら石油エーテル 50 mL を徐々に加え，必要ならばろ過する．この液を水 50 mL ずつで 2 回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を四塩化炭素/フェノール混液（2：1）2 mL に溶かし，滴板のくぼみに入れ，その隣のくぼみに四塩化炭素/臭素混液（4：1）を満たし，直ちに 1 枚の時計皿で両くぼみを覆い，放置するとき，残留物を溶かした液は 1 分間以内に紫色又は青色を呈しない．

（7）　ワックス　本品 10.0 g に炭酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 200）150 mL を加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に 2 時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで 65 ℃ で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで 2 時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量　6.0 % 以下．本品の中末約 1 g を精密に量り，初め 40 ℃ で 4 時間，次にデシケーター（乾燥用塩化カルシウム）で 15 時間乾燥する．

灰　分〈*5.01*〉　1.0 % 以下（1 g）．

貯　法

保存条件　冷所に保存する．

容　　器　密閉容器．

セラペプターゼ

Serrapeptase

［*95077-02-4*］

本品はセラチア（*Serratia*）属細菌から製したもので，たん白分解作用を有する酵素である．

通例，「乳糖水和物」で薄めてある．

本品 1 mg は，2000 ～ 2600 セラペプターゼ単位を含む．

本品は吸湿性である．

性　状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

確認試験　本品 0.4 g を pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 100 mL に溶かし，この液 1 mL ずつを正確に試験管 3 本に量りとる（A，B 及び C とする）．A の試験管に水 1 mL を，B 及び C の試験管に 0.04 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 1 mL ずつを正確に加え，穏やかに混和した後，4±1 ℃ の水浴中に約 1 時間放置する．次に B の試験管に 0.04 mol/L 塩化亜鉛試液 2 mL を A 及び C の試験管に水 2 mL ずつを正確に加え，穏やかに混和した後，再び 4±1 ℃ の水浴中に約 1 時間放置する．A，B 及び C それぞれの液 1 mL を正確に量り，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて A 及び B 液は正確に 200 mL，C 液は正確に 50 mL とし，それぞれ試料溶液とする．これらの液につき，定量法の項に従って操作するとき，A と B の含量はほぼ等しく，C は A の 5 % 以下である．

$$\text{A，B 及び C 液の含量} = (A_T / A_S) \times (1/20) \times D \times 176$$

A_S：標準溶液の吸光度

A_T：試料溶液の吸光度

20：反応時間（分）

D：希釈倍率（A 液及び B 液 = 200，C 液 = 50）

176：換算計数

$$\frac{\text{全酵素反応液量}}{\text{ろ液採取量}} \times \text{チロジン標準溶液 2 mL 中のチロジン量}$$

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を磁製のるつぼに量り，硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を加えた後，強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，更に塩酸ヒドロキシルアミン溶液（3 → 100）10 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加温する．冷後，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，

試験を行う．比較液は硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を加え，砂浴上で蒸発乾固し，残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液 2.0 mL，塩酸ヒドロキシルアミン溶液（3 → 100）10 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて水浴上で 5 分間加温し，以下検液の調製法と同様に操作した後，水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（3 → 10）5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，次に小火炎で加熱しながら灰化する（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 試料溶液の調製 本品 0.100 g を正確に量り，硫酸アンモニウム溶液（1 → 20）を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜて溶かした後，その 1 mL を正確に量り，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．

（ii） チロジン標準溶液の調製 チロジン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その 0.160 g を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

（iii） 基質溶液の調製 乳製カゼイン（別途 60 ℃，3 時間減圧（0.67 kPa 以下）で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）1.20 g に対応する量を正確に量り，ホウ酸ナトリウム溶液（19 → 1000）160 mL を加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，1 mol/L 塩酸試液を加えて，pH を正確に 9.0 に調整した後，pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて，正確に 200 mL とする．37 ± 0.5 ℃ に加温して用いる．用時製する．

（iv） 沈殿試液の調製 セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液を用いる．37 ± 0.5 ℃ に加温して用いる．

（v） 操作法 試料溶液 1 mL を正確に量り，共栓試験管（15 × 130 mm）に入れ，37 ± 0.5 ℃ で 5 分間放置した後，基質溶液 5 mL を正確に加え，直ちによく振り混ぜる．この液を 37 ± 0.5 ℃ で正確に 20 分間放置した後，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加え，振り混ぜ，再び 37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置した後，乾燥ろ紙でろ過する．ろ液 2 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（3 → 50）5 mL を正確に加え，振り混ぜ，次いで薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置する．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試料溶液 1 mL を正確に量り，セラペプターゼ用トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加え，振り混ぜた後，基質溶液 5 mL を正確に加え，37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置し，以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する．また，チロジン標準溶液 2 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（3 → 50）5 mL を正確に加え，振り混ぜた後，薄めたフォリン試液（1 → 3）1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作して吸光度 A_3 を測定する．別に 0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り，同様に操作して吸光度 A_4 を測定する．

本品 1 mg 当たりのセラペプターゼ単位

$$= \{(A_1 - A_2) / (A_3 - A_4)\} \times (1/20) \times 200 \times 176$$

20：反応時間（分）

200：希釈倍数

176：換算係数

$$\frac{\text{全酵素反応液量}}{\text{ろ液採取量}} \times \text{チロジン標準溶液 2 mL 中のチロジン量}$$

ただし，上記の操作において，基質溶液 5 mL から 1 分間にチロジン相当量 5 μg を生じるセラペプターゼの量を 1 セラペプターゼ単位とする．

貯 法 容 器 気密容器．

セルモロイキン（遺伝子組換え）

Celmoleukin (Genetical Recombination)

Ala-Pro-Thr-Ser-Ser-Ser-Thr-Lys-Lys-Thr-Gln-Leu-Gln-Leu-Glu-His-Leu-Leu-Leu-Asp-Leu-Gln-Met-Ile-Leu-Asn-Gly-Ile-Asn-Asn-Tyr-Lys-Asn-Pro-Lys-Leu-Thr-Arg-Met-Leu-Thr-Phe-Lys-Phe-Tyr-Met-Pro-Lys-Lys-Ala-Thr-Glu-Leu-Lys-His-Leu-Gln-Cys-Leu-Glu-Glu-Glu-Leu-Lys-Pro-Leu-Glu-Glu-Val-Leu-Asn-Leu-Ala-Gln-Ser-Lys-Asn-Phe-His-Leu-Arg-Pro-Arg-Asp-Leu-Ile-Ser-Asn-Ile-Asn-Val-Ile-Val-Leu-Glu-Leu-Lys-Gly-Ser-Glu-Thr-Thr-Phe-Met-Cys-Glu-Tyr-Ala-Asp-Glu-Thr-Ala-Thr-Ile-Val-Glu-Phe-Leu-Asn-Arg-Trp-Ile-Thr-Phe-Cys-Gln-Ser-Ile-Ile-Ser-Thr-Leu-Thr

$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$：15415.82

[*94218-72-1*]

本品の本質はヒトインターロイキン-2 cDNA の発現により大腸菌で製造される 133 個のアミノ酸残基からなるたん白質である．本品は水溶液である．本品は T-リンパ球活性化作用を有する．本品は定量するとき 1 mL 当たり 0.5 ～ 1.5 mg のたん白質を含み，たん白質 1 mg 当たり 8.0 × 10^6 単位以上を含む．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品 1 mL に薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（1 → 10）0.05 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化カリウム 0.9 g を加えて振り混ぜる．この液にエタノール（99.5）0.3 mL を加えて振り混ぜるとき，エタノール層は紫色を呈する．

（2） 定量法（1）で得た結果に従い，総たん白質として約 50 μg に対応する量を 2 本の加水分解管にそれぞれとり，減圧で蒸発乾固する．一方に薄めた塩酸（59 → 125）/メルカプト酢酸/フェノール混液（100：10：1） 100 μL を加えて振り混ぜる．この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を 5.24 mol/L 塩酸試液/メルカプト酢酸/フェノール混液（100：10：1） 200 μL を加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約 115 ℃ で 24 時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L 塩酸試液 0.5 mL に溶かし試料溶液（1）とする．もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸 100 μL を加え，1.5 時間氷冷下で酸化した後，臭化水素酸 50 μL を加えて減圧乾固する．水 200 μL を加え

て減圧乾固する操作を 2 回繰り返した後，この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸（59 → 125）200 μL を加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧して，約 115 ℃ で 24 時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L 塩酸試液 0.5 mL に溶かし試料溶液（2）とする．別に L-アスパラギン酸 60 mg，L-グルタミン酸 100 mg，L-アラニン 17 mg，L-メチオニン 23 mg，L-チロジン 21 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 24 mg，L-トレオニン 58 mg，L-プロリン 22 mg，L-シスチン 14 mg，L-イソロイシン 45 mg，L-フェニルアラニン 37 mg，塩酸 L-アルギニン 32 mg，L-セリン 32 mg，グリシン 6 mg，L-バリン 18 mg，L-ロイシン 109 mg，塩酸 L-リジン76 mg及び L-トリプトファン 8 mg を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし正確に 500 mL とする．この液 40 μL をそれぞれ 2 本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，試料溶液（1）及び試料溶液（2）と同様に操作し標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）につき液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液（1），試料溶液（2），標準溶液（1）及び標準溶液（2）250 μL から得られた各アミノ酸のピーク面積から，それぞれの試料溶液 1 mL 中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め，更にセルモロイキン 1 mol 中に含まれるロイシンを 22 個としたときの構成アミノ酸の個数を求めるとき，グルタミン酸（又はグルタミン）は 17 又は 18，トレオニンは 11 ～ 13，アスパラギン酸（又はアスパラギン）は 11 又は 12，リジンは 11，イソロイシンは 7 又は 8，セリンは 6 ～ 9，フェニルアラニンは 6，アラニンは 5，プロリンは 5 又は 6，アルギニン及びメチオニンはそれぞれ 4，システイン及びバリンはそれぞれ 3 又は 4，チロジン及びヒスチジンはそれぞれ 3，グリシンは 2 及びトリプトファンは 1 である．

（3）分子量　定量法（1）で得た結果に従い，1 mL 中に総たん白質量約 0.5 mg となるようにセルモロイキン用緩衝液を加え，試料溶液とする．セルモロイキン用分離ゲル及びセルモロイキン用濃縮ゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系 SDS-ポリアクリルアミドゲルに，試料溶液 20 μL 及びセルモロイキン用分子量測定用マーカーたん白質 20 μL をそれぞれ試料液添加溝に注入し，電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，主泳動帯の分子量は，12500 ～ 13800 の範囲内である．

（4）　本品 100 μL にたん白質消化酵素試液 100 μL を加えて振り混ぜ，37 ℃ で 18 ～ 24 時間放置した後，2-メルカプトエタノール 2 μL を加える．更に，37 ℃ で 30 分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液（1 → 10）5 μL を加え，試料溶液とする．別に，液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たクロマトグラムにつき比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（17：3）溶液（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 5	100	0
5 ～ 45	100 → 60	0 → 40
45 ～ 75	60 → 0	40 → 100
75 ～ 85	0	100

流量：セルモロイキンの保持時間が約 70 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：液体クロマトグラフィー用セルモロイキン 100 μL に 2-メルカプトエタノール 2 μL を加え，37 ℃ に 2 時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

（5）　本品適量を精密に量り，1 mL 中に 800 単位を含むようにセルモロイキン用培養液を加え，試料溶液とする．組織培養用平底マイクロテストプレートの 2 穴（A 及び B）に試料溶液 25 μL ずつを入れ，穴（A）にはセルモロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗血清試液 25 μL を，穴（B）にはセルモロイキン用培養液 25 μL を加える．更に，別の穴（C）にセルモロイキン用培養液 50 μL を入れる．平底マイクロテストプレートを振り混ぜた後，5 % 二酸化炭素を含む空気中 37 ℃ で 30 分 ～ 2 時間保温する．次に，各穴にインターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 を含むセルモロイキン用培養液 50 μL ずつを加え，37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液を加えて 37 ℃ で 4 ～ 6 時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液を加えて 24 ～ 48 時間放置した後，各穴の液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により 590 nm における吸光度を測定するとき，A の穴の液から得られた吸光度と C の穴の液から得られた吸光度の差は B の穴の液から得られた吸光度と C の穴の液から得られた吸光度の差の 3 % 以下である．

pH〈2.54〉　4.5 ～ 5.5

純度試験

（1）　宿主由来たん白質　本品にウシ血清加リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液（以下リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液を PBS と略す）を加えて正確に 2 倍ずつ段階希釈した液を試料溶液とする．大腸菌由来たん白質（以下 ECP と略す）をウシ血清加 PBS で 1 mL 当たり 0.25 ～ 6 ng の範囲となるように 5 段階以上に精密に希釈し，各標準溶液とする．平底マイクロテストプレートの各穴にヤギ抗 ECP 抗体試液 100 μL を分注し，4 ℃ で 16 ～ 24 時間放置した後，液を

除く．次に PBS で 3 回洗浄し，次にウシ血清アルブミン加 PBS 200 μL を加え，室温で 3 時間以上静置した後，更に PBS で 3 回洗浄する．試料溶液及び各標準溶液をそれぞれ 100 μL 分注し，4 ℃ で 16 ～ 24 時間静置した後，PBS で 5 回洗浄する．ペルオキシダーゼ標識ウサギ抗 ECP 抗体 Fab′試液 100 μL を加え，室温で 4 時間以上静置した後，PBS で 5 回洗浄する．次にセルモロイキン用基質緩衝液 100 μL を加え，室温，暗所で 5 ～ 25 分間反応させた後，薄めた硫酸（3 → 25） 100 μL を加える．これらの平底マイクロテストプレートにつき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により波長 492 nm における吸光度を測定する．別にウシ血清加 PBS 100 μL を用い，同様の方法で空試験を行い，補正する．各標準溶液の吸光度を求め，検量線を作成し，試料溶液 1 mL 当たりの ECP 量を求め，試料溶液の希釈倍数を乗じて，試料中の濃度を求めるとき，たん白質 1 mg 当たりの ECP 含量は 0.02 %（0.2 μg/mg たん白質）以下である．

（2） 重合体　確認試験（3）の試料溶液をセルモロイキン用試料用緩衝液でたん白質含量として 1 mL 当たり約 2 ～ 32 μg の範囲になるように 4 段階以上に薄め，各標準溶液とする．試料溶液及び各標準溶液 20 μL ずつを試料添加溝に注入し，垂直不連続緩衝液系 SDS-ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸して泳動帯を染色するとき，各々の泳動帯は青色を呈する．次に，デンシトメーターを用いて各標準溶液から得た泳動帯のピーク面積を求め，先の検量線からたん白質含量を算出し，セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体たん白質量を求めるとき，総たん白質に対して 2 % 以下である．

（3） 類縁物質　本品及び pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．本品の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセルモロイキン以外の類縁物質の合計量を求めるとき，5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（3：2）溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル/水混液（13：7）溶液（1 → 1000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	70 → 10	30 → 90

流量：セルモロイキンの保持時間が約 50 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセルモロイキンの保持時間の約 1.3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 0.5 mL を正確に量り，pH 5.0 の 0.01 mol/L 酢酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たセルモロイキンのピーク面積が本品 10 μL から得たセルモロイキンのピーク面積の 0.9 ～ 1.1 % になることを確認する．

システムの性能：本品 100 μL に 2-メルカプトエタノール 2 μL を加え，37 ℃ で 2 時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

酢酸アンモニウム　本品 0.1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし試料溶液とする．別に，塩化アンモニウム約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，アンモニウムイオンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品 1 mL 当たり酢酸アンモニウムを 0.28 ～ 0.49 mg 含む．

本品 1 mL 当たりの酢酸アンモニウム（CH_3COONH_4）の量
$= (A_T / A_S) \times W_S \times 0.003 \times 1.4410$

W_S：塩化アンモニウムの秤取量（mg）

0.003：希釈補正係数

1.4410：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量換算係数

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5 mm，長さ 25 cm の樹脂管に 5.5 μm の液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.1 mol/L メタンスルホン酸試液（3 → 10）

流量：アンモニウムの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ナトリウム標準原液 1 mL 及びカリウム標準原液 0.2 mL を正確に量り水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL 及び標準原液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 5 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，アンモニウム，カリウムの順に溶出し，ナトリウムとアンモニウムの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は 10 % 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉 100 EU/mL 未満．

無　菌〈4.06〉 直接法により試験を行うとき，適合する．ただし，無菌試験用チオグリコール酸培地 I 15 mL の入った試験管に本品 0.5 mL ずつ 8 本，1 mL ずつ 8 本及びソイ

ビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 15 mL の入った試験管 8 本に本品 1 mL ずつ加える．

定 量 法

（1） 総たん白質含量 本品 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，定量用ウシ血清アルブミン約 50 mg を精密に量り，1 mL 中にアルブミン 50 μg，100 μg，150 μg を含む液となるように水を加えて標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）1 mL ずつを正確に量り，それぞれにたん白質含量試験用アルカリ性銅試液 2.5 mL を正確に加えて振り混ぜ，15 分間放置する．次に水 2.5 mL 及び希フォリン試液 0.5 mL を正確に加え，37 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 1 mL を用いて同様に操作した液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）の吸光度から作成した検量線を用いて，総たん白質量を求める．

（2） 比活性 本品 0.1 mL を正確に量り，セルモロイキン用培養液 0.9 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に，インターロイキン-2 標準品 1 個をとり，水 1 mL を正確に加えて溶解し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で精密に 2 倍段階希釈し，各希釈液中に 1 mL 当たり 3×10^5 ～ 5×10^5 個のインターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 を試料溶液及び標準溶液に対し等容量加える．インターロイキン-2 依存性マウスナチュラルキラー細胞 NKC 3 とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする．これらの液を 37 ℃ で 16 ～ 24 時間培養する．その後，臭化 3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2*H*-テトラゾリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し 1/5 容量加えて 37 ℃ で 4 ～ 6 時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し等容量加えて 24 ～ 48 時間放置し，生成する青色色素を溶出させた後，これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 590 nm における吸光度を測定する．セルモロイキンとして 1 mL 当たり 1000 ～ 2000 単位を加えた場合の吸光度を 100 % とし，対照液の吸光度を 0 % として，50 % の吸光度を示すインターロイキン-2 標準品の希釈倍数（A）と本品の希釈倍数（B）とを求め，B/A 値にインターロイキン-2 標準品の単位数を乗じ，本品 1 mL 中の生物学的活性を求める．総たん白質含量試験で求めたたん白質含量に対する生物学的活性の比を算出する．

貯 法

保存条件 −20 ℃ 以下で保存する．

容 器 滅菌した気密容器．

結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得た α-セルロースを酸で部分的に解重合し，精製したものである．

◆本品には平均重合度，乾燥減量値及びかさ密度を範囲で表示する．◆

◆**性 状** 本品は白色の結晶性の粉末で，流動性がある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するとき，膨潤する．◆

確認試験

（1） 塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし，ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる．この液 2 mL 中に本品約 10 mg を時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2） 本品 20 g を内径 200 mm の 391 号（38 μm）のふるいに入れ，減圧吸引型ふるい分け機を用い 5 分間操作する．ふるい上の残留物の質量が 5 % 以上のときは本品 30 g に水 270 mL を加え，又は 5 % 未満のときは本品 45 g に水 255 mL を加え，かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 18000 回転以上）で 5 分間かき混ぜた後，その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ，3 時間放置するとき，液は白色不透明で，気泡のない分散状を呈し，液の分離を認めない．◆

（3） 本品約 1.3 g を精密に量り，125 mL の三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に加える．直ちに窒素を通じ，密栓した後，振とう機を用いて振り混ぜながら溶かす．この液適量を正確に量り 25 ± 0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法〈2.53〉により，粘度計の概略の定数（*K*）が 0.03 の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度 ν を求める．別に水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に量り，その混液について同様の方法で，粘度計の概略の定数（*K*）が 0.01 の毛細管粘度計を用いて試験を行い，動粘度 ν_0 を求める．

次式により，本品の相対粘度 η_{rel} を求める．

$$\eta_{rel} = \nu / \nu_0$$

次の表により，この相対粘度 η_{rel} から極限粘度〔η〕(mL/g) と濃度 *C*（g/100 mL）の積〔η〕*C* を求め，次式により平均重合度 *P* を計算するとき，*P* は 350 以下であり，◆かつ表示範囲内◆である．

$$P = 95〔\eta〕C / W_T$$

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量（g）

pH〈2.54〉 本品 5.0 g に水 40 mL を加え，20 分間振り混

相対粘度 η_{rel} から極限粘度と濃度の積〔η〕C を求める表

	〔η〕C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1.1	0.098	0.106	0.115	0.125	0.134	0.143	0.152	0.161	0.170	0.180
1.2	0.189	0.198	0.207	0.216	0.225	0.233	0.242	0.250	0.259	0.268
1.3	0.276	0.285	0.293	0.302	0.310	0.318	0.326	0.334	0.342	0.350
1.4	0.358	0.367	0.375	0.383	0.391	0.399	0.407	0.414	0.422	0.430
1.5	0.437	0.445	0.453	0.460	0.468	0.476	0.484	0.491	0.499	0.507
1.6	0.515	0.522	0.529	0.536	0.544	0.551	0.558	0.566	0.573	0.580
1.7	0.587	0.595	0.602	0.608	0.615	0.622	0.629	0.636	0.642	0.649
1.8	0.656	0.663	0.670	0.677	0.683	0.690	0.697	0.704	0.710	0.717
1.9	0.723	0.730	0.736	0.743	0.749	0.756	0.762	0.769	0.775	0.782
2.0	0.788	0.795	0.802	0.809	0.815	0.821	0.827	0.833	0.840	0.846
2.1	0.852	0.858	0.864	0.870	0.876	0.882	0.888	0.894	0.900	0.906
2.2	0.912	0.918	0.924	0.929	0.935	0.941	0.948	0.953	0.959	0.965
2.3	0.971	0.976	0.983	0.988	0.994	1.000	1.006	1.011	1.017	1.022
2.4	1.028	1.033	1.039	1.044	1.050	1.056	1.061	1.067	1.072	1.078
2.5	1.083	1.089	1.094	1.100	1.105	1.111	1.116	1.121	1.126	1.131
2.6	1.137	1.142	1.147	1.153	1.158	1.163	1.169	1.174	1.179	1.184
2.7	1.190	1.195	1.200	1.205	1.210	1.215	1.220	1.225	1.230	1.235
2.8	1.240	1.245	1.250	1.255	1.260	1.265	1.270	1.275	1.280	1.285
2.9	1.290	1.295	1.300	1.305	1.310	1.314	1.319	1.324	1.329	1.333
3.0	1.338	1.343	1.348	1.352	1.357	1.362	1.367	1.371	1.376	1.381
3.1	1.386	1.390	1.395	1.400	1.405	1.409	1.414	1.418	1.423	1.427
3.2	1.432	1.436	1.441	1.446	1.450	1.455	1.459	1.464	1.468	1.473
3.3	1.477	1.482	1.486	1.491	1.496	1.500	1.504	1.508	1.513	1.517
3.4	1.521	1.525	1.529	1.533	1.537	1.542	1.546	1.550	1.554	1.558
3.5	1.562	1.566	1.570	1.575	1.579	1.583	1.587	1.591	1.595	1.600
3.6	1.604	1.608	1.612	1.617	1.621	1.625	1.629	1.633	1.637	1.642
3.7	1.646	1.650	1.654	1.658	1.662	1.666	1.671	1.675	1.679	1.683
3.8	1.687	1.691	1.695	1.700	1.704	1.708	1.712	1.715	1.719	1.723
3.9	1.727	1.731	1.735	1.739	1.742	1.746	1.750	1.754	1.758	1.762
4.0	1.765	1.769	1.773	1.777	1.781	1.785	1.789	1.792	1.796	1.800
4.1	1.804	1.808	1.811	1.815	1.819	1.822	1.826	1.830	1.833	1.837
4.2	1.841	1.845	1.848	1.852	1.856	1.859	1.863	1.867	1.870	1.874
4.3	1.878	1.882	1.885	1.889	1.893	1.896	1.900	1.904	1.907	1.911
4.4	1.914	1.918	1.921	1.925	1.929	1.932	1.936	1.939	1.943	1.946
4.5	1.950	1.954	1.957	1.961	1.964	1.968	1.971	1.975	1.979	1.982
4.6	1.986	1.989	1.993	1.996	2.000	2.003	2.007	2.010	2.013	2.017
4.7	2.020	2.023	2.027	2.030	2.033	2.037	2.040	2.043	2.047	2.050
4.8	2.053	2.057	2.060	2.063	2.067	2.070	2.073	2.077	2.080	2.083
4.9	2.087	2.090	2.093	2.097	2.100	2.103	2.107	2.110	2.113	2.116
5.0	2.119	2.122	2.125	2.129	2.132	2.135	2.139	2.142	2.145	2.148
5.1	2.151	2.154	2.158	2.160	2.164	2.167	2.170	2.173	2.176	2.180
5.2	2.183	2.186	2.190	2.192	2.195	2.197	2.200	2.203	2.206	2.209
5.3	2.212	2.215	2.218	2.221	2.224	2.227	2.230	2.233	2.236	2.240
5.4	2.243	2.246	2.249	2.252	2.255	2.258	2.261	2.264	2.267	2.270
5.5	2.273	2.276	2.279	2.282	2.285	2.288	2.291	2.294	2.297	2.300
5.6	2.303	2.306	2.309	2.312	2.315	2.318	2.320	2.324	2.326	2.329
5.7	2.332	2.335	2.338	2.341	2.344	2.347	2.350	2.353	2.355	2.358
5.8	2.361	2.364	2.367	2.370	2.373	2.376	2.379	2.382	2.384	2.387
5.9	2.390	2.393	2.396	2.400	2.403	2.405	2.408	2.411	2.414	2.417
6.0	2.419	2.422	2.425	2.428	2.431	2.433	2.436	2.439	2.442	2.444
6.1	2.447	2.450	2.453	2.456	2.458	2.461	2.464	2.467	2.470	2.472
6.2	2.475	2.478	2.481	2.483	2.486	2.489	2.492	2.494	2.497	2.500
6.3	2.503	2.505	2.508	2.511	2.513	2.516	2.518	2.521	2.524	2.526
6.4	2.529	2.532	2.534	2.537	2.540	2.542	2.545	2.547	2.550	2.553
6.5	2.555	2.558	2.561	2.563	2.566	2.568	2.571	2.574	2.576	2.579
6.6	2.581	2.584	2.587	2.590	2.592	2.595	2.597	2.600	2.603	2.605
6.7	2.608	2.610	2.613	2.615	2.618	2.620	2.623	2.625	2.627	2.630
6.8	2.633	2.635	2.637	2.640	2.643	2.645	2.648	2.650	2.653	2.655
6.9	2.658	2.660	2.663	2.665	2.668	2.670	2.673	2.675	2.678	2.680

	[η]C									
η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
7.0	2.683	2.685	2.687	2.690	2.693	2.695	2.698	2.700	2.702	2.705
7.1	2.707	2.710	2.712	2.714	2.717	2.719	2.721	2.724	2.726	2.729
7.2	2.731	2.733	2.736	2.738	2.740	2.743	2.745	2.748	2.750	2.752
7.3	2.755	2.757	2.760	2.762	2.764	2.767	2.769	2.771	2.774	2.776
7.4	2.779	2.781	2.783	2.786	2.788	2.790	2.793	2.795	2.798	2.800
7.5	2.802	2.805	2.807	2.809	2.812	2.814	2.816	2.819	2.821	2.823
7.6	2.826	2.828	2.830	2.833	2.835	2.837	2.840	2.842	2.844	2.847
7.7	2.849	2.851	2.854	2.856	2.858	2.860	2.863	2.865	2.868	2.870
7.8	2.873	2.875	2.877	2.879	2.881	2.884	2.887	2.889	2.891	2.893
7.9	2.895	2.898	2.900	2.902	2.905	2.907	2.909	2.911	2.913	2.915
8.0	2.918	2.920	2.922	2.924	2.926	2.928	2.931	2.933	2.935	2.937
8.1	2.939	2.942	2.944	2.946	2.948	2.950	2.952	2.955	2.957	2.959
8.2	2.961	2.963	2.966	2.968	2.970	2.972	2.974	2.976	2.979	2.981
8.3	2.983	2.985	2.987	2.990	2.992	2.994	2.996	2.998	3.000	3.002
8.4	3.004	3.006	3.008	3.010	3.012	3.015	3.017	3.019	3.021	3.023
8.5	3.025	3.027	3.029	3.031	3.033	3.035	3.037	3.040	3.042	3.044
8.6	3.046	3.048	3.050	3.052	3.054	3.056	3.058	3.060	3.062	3.064
8.7	3.067	3.069	3.071	3.073	3.075	3.077	3.079	3.081	3.083	3.085
8.8	3.087	3.089	3.092	3.094	3.096	3.098	3.100	3.102	3.104	3.106
8.9	3.108	3.110	3.112	3.114	3.116	3.118	3.120	3.122	3.124	3.126
9.0	3.128	3.130	3.132	3.134	3.136	3.138	3.140	3.142	3.144	3.146
9.1	3.148	3.150	3.152	3.154	3.156	3.158	3.160	3.162	3.164	3.166
9.2	3.168	3.170	3.172	3.174	3.176	3.178	3.180	3.182	3.184	3.186
9.3	3.188	3.190	3.192	3.194	3.196	3.198	3.200	3.202	3.204	3.206
9.4	3.208	3.210	3.212	3.214	3.215	3.217	3.219	3.221	3.223	3.225
9.5	3.227	3.229	3.231	3.233	3.235	3.237	3.239	3.241	3.242	3.244
9.6	3.246	3.248	3.250	3.252	3.254	3.256	3.258	3.260	3.262	3.264
9.7	3.266	3.268	3.269	3.271	3.273	3.275	3.277	3.279	3.281	3.283
9.8	3.285	3.287	3.289	3.291	3.293	3.295	3.297	3.298	3.300	3.302
9.9	3.304	3.305	3.307	3.309	3.311	3.313	3.316	3.318	3.320	3.321
	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	3.32	3.34	3.36	3.37	3.39	3.41	3.43	3.45	3.46	3.48
11	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64
12	3.66	3.68	3.69	3.71	3.72	3.74	3.76	3.77	3.79	3.80
13	3.80	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.90	3.92	3.93	3.95
14	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.04	4.06	4.07	4.09
15	4.10	4.11	4.13	4.14	4.15	4.17	4.18	4.19	4.20	4.22
16	4.23	4.24	4.25	4.27	4.28	4.29	4.30	4.31	4.33	4.34
17	4.35	4.36	4.37	4.38	4.39	4.41	4.42	4.43	4.44	4.45
18	4.46	4.47	4.48	4.49	4.50	4.52	4.53	4.54	4.55	4.56
19	4.57	4.58	4.59	4.60	4.61	4.62	4.63	4.64	4.65	4.66

ぜた後，遠心分離して得た上澄液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

◆（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.◆

（2） 水可溶物 本品 5.0 g に水 80 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いて吸引ろ過する．ろ液を質量既知のビーカー中で焦がさないように蒸発乾固した後，105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 12.5 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3） ジエチルエーテル可溶物 本品 10.0 g を内径約 20 mm のクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL をこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 5.0 mg 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

導電率〈*2.51*〉 pH の項で得られた上澄液を試料溶液とし，◆25±0.1 ℃◆で試験を行い，試料溶液の導電率を求める．同様に操作し，試料溶液の調製に用いた水の導電率を求める．両者の導電率を比較するとき，その差は 75 $\mu S \cdot cm^{-1}$ 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下であり，◆かつ表示範囲内◆（1 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下◆(2 g)◆.

かさ密度

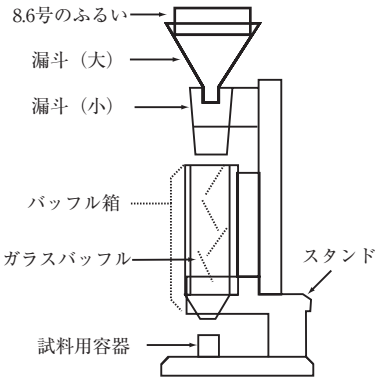
（i） 装置 図に示すボリュームメーターを用いる．ボリュームメーターの最上部には，8.6 号（2000 μm）のふるいを取り付ける．漏斗は，4 つのガラス製バッフル板が付いたバッフル箱の上に取り付けられている．試料を 4 つのガラス

製バッフル板の上を滑り落としながら落下させる．落下した試料は，バッフル箱の底に取り付けられたシュートにより試料用容器に集められる．

（ii）操作法　あらかじめ，内径 30.0±2.0 mm，内容積 25.0±0.05 mL の真鍮製又はステンレス製の試料用容器の質量を精密に量り，ボリュームメーターのシュートの下に置く．ボリュームメーターの漏斗の上縁より 5.1 cm の高さから，ふるいに本品をその網目を詰まらせないようにゆっくりと加え，ふるわれた試料が試料用容器からあふれ出るまで流し込む．ふるいの網目が詰まったら，ふるいをはずす．試料があふれたら，直ちにスライドガラスを用いて過量分をすり落とした後，その質量を精密に量る．この値から内容物の質量を求め，次式によりかさ密度を求めるとき，その値は表示範囲内である．

かさ密度（g/cm^3）＝ A / 25

A：測定された試料の質量（g）



◆**微生物限度**〈*4.05*〉　試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 100 以下である．また大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆**貯　法　容　　器**　気密容器．◆

粉末セルロース

Powdered Cellulose

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は繊維性植物からパルプとして得た α−セルロースを，◆必要に応じて，部分的加水分解などの◆処理を行った後，精製し，機械的に粉砕したものである．

本品には平均重合度を範囲で表示する．

◆**性　状**　本品は白色の粉末である．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　塩化亜鉛 20 g 及びヨウ化カリウム 6.5 g を水 10.5 mL に溶かし，ヨウ素 0.5 g を加えて 15 分間振り混ぜる．この液 2 mL 中に本品約 10 mg を時計皿上で分散するとき，分散物は青紫色を呈する．

◆（2）　本品 30 g に水 270 mL を加え，かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 18000 回転以上）で 5 分間かき混ぜた後，その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ，1 時間放置するとき，液は分離し，上澄液と沈殿を生じる．◆

（3）　本品約 0.25 g を精密に量り，125 mL の三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 1 mol/L 銅エチレンジアミン試液 25 mL をそれぞれ正確に加える．以下「結晶セルロース」の確認試験（3）を準用して試験を行うとき，平均重合度 P は 440 より大きく，かつ表示範囲内である．

pH〈*2.54*〉　本品 10 g に水 90 mL を加え，時々振り混ぜながら，1 時間放置するとき，上澄液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

◆（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．◆

（2）　水可溶物　本品 6.0 g に新たに煮沸して冷却した水 90 mL を加え，10 分間時々振り混ぜた後，ろ紙を用いて吸引ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を必要ならば再び同じろ紙を用いて吸引ろ過し，澄明なろ液 15.0 mL を質量既知の蒸発皿にとる．内容物を焦がさないように蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，その量は 15.0 mg 以下である（1.5 %）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

（3）　ジエチルエーテル可溶物　本品 10.0 g を内径約 20 mm のクロマトグラフィー管に入れ，過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL をこのカラムに流す．溶出液をあらかじめ乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 30 分間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を量るとき，残留物は 15.0 mg 以下である（0.15 %）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g，乾燥物換算）．

◆**微生物限度**〈*4.05*〉　試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌

数は 1000 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 100 以下である．また大腸菌，サルモネラ，緑膿菌及び黄色ブドウ球菌は認めない．◆

◆貯　法　容　　器　気密容器．◆

ソルビタンセスキオレイン酸エステル

Sorbitan Sesquioleate

セスキオレイン酸ソルビタン

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもので，モノエステル及びジエステルの混合物である．

性　状　本品は微黄色～淡黄褐色粘性の油状の液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦い．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくい．

本品は水に微細な油滴状となって分散する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g にエタノール（95）5 mL 及び希硫酸 5 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，石油エーテル 5 mL を加えて振り混ぜ，静置した後，上層及び下層を分取する．下層 2 mL に新たに製したカテコール溶液（1 → 10）2 mL を加えて振り混ぜ，更に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色～赤褐色を呈する．

（2）（1）の上層を水浴上で加熱して石油エーテルを蒸発する．残留物に薄めた硝酸（1 → 2）2 mL を加え，30 ～ 35 ℃ でかき混ぜながら亜硝酸カリウム 0.5 g を加えるとき，液は白濁し，これを冷却するとき，結晶が析出する．

比　重〈*1.13*〉　d^{25}_{25}：0.960 ～ 1.020

けん化価〈*1.13*〉　150 ～ 168

純度試験

（1）　酸　本品 2.0 g に中和エタノール 50 mL を加え，水浴上で 1 ～ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（1 g，直接滴定，30 分間かき混ぜる）．

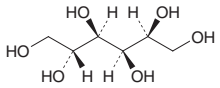
強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

貯　法　容　　器　気密容器．

D−ソルビトール

D−Sorbitol

D−ソルビット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D−Glucitol　［*50−70−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，D−ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粒，粉末又は結晶性の塊で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（7 → 10）1 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）1 mL に，新たに製したカテコール溶液（1 → 10）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

（3）　本品 0.5 g に無水酢酸 10 mL 及びピリジン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間煮沸した後，冷却し，水 25 mL を加えて振り混ぜ，冷所に放置する．この液を分液漏斗に移し，クロロホルム 30 mL を加えて抽出する．抽出液を水浴上で蒸発し，油状の残留物に水 80 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，熱時ろ過する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器（G3）を用いてろ取し，水で洗い，エタノール（95）から 1 回再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥するとき，その融点は 97 ～ 101 ℃ である．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品 5 g を水 20 mL に振り混ぜながら加温して溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5）　ニッケル　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7）　ブドウ糖　本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし，フェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．冷

後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 6.3 mL 以下である．

（8） 糖類　本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし，希塩酸 8 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液 2 滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．以下（7）を準用する．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.02 % 以下（5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　= 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器　気密容器．

D-ソルビトール液

D-Sorbitol Solution

D-ソルビット液

本品は定量するとき，表示量の 97 ～ 103 % に対応するD-ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$：182.17）を含む．

性 状　本品は無色澄明の液で，においはなく，味は甘い．

本品は水，エタノール（95），グリセリン又はプロピレングリコールと混和する．

本品は結晶性の塊を析出することがある．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.7 g に対応する容量をとり，硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青緑色を呈するが混濁を生じない．

（2） 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とした液 1 mL に，新たに製したカテコール溶液（1 → 10）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤紫色を呈する．

純度試験

（1） 液性　本品は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」2.0 g に対応する容量をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」4.0 g に対応する容量をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5.0 g に対応する容量をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5） ニッケル　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.5 g に対応する容量をとり，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1.5 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 5 mL とし，冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7） ブドウ糖　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 40 mL とし，フェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．冷後，沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿を硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL に溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃ に加熱し，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 6.3 mL 以下である．

（8） 糖類　本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて薄めるか，又は水浴上で濃縮して 40 mL とし，希塩酸 8 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，メチルオレンジ試液 2 滴を加え，液がだいだい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え，3 分間穏やかに煮沸する．以下（7）を準用する．

強熱残分〈2.44〉 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5 g に対応する容量を正確に量り，硫酸 3 ～ 4 滴を加え，穏やかに加熱して蒸発させた後，点火して燃焼させ，冷後，残留物につき試験を行うとき，1 mg 以下である．

定 量 法　本品のD-ソルビトール（$C_6H_{14}O_6$）約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 気密容器.

ダイズ油

Soybean Oil
OLEUM SOJAE

本品はダイズ *Glycine max* Merrill (*Leguminosae*) の種子から得た脂肪油である.

性 状 本品は微黄色澄明の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール (95) に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は－10 ～ －17 ℃ で凝固する.

脂肪酸の凝固点：22 ～ 27 ℃

比 重〈1.13〉 d^{25}_{25}：0.916 ～ 0.922

酸 価〈1.13〉 0.2 以下.

けん化価〈1.13〉 188 ～ 195

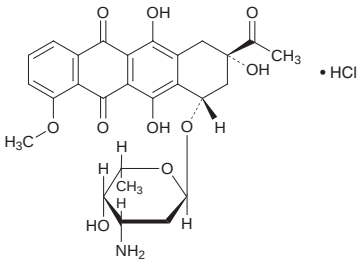
不けん化物〈1.13〉 1.0 % 以下.

ヨウ素価〈1.13〉 126 ～ 140

貯 法 容 器 気密容器.

ダウノルビシン塩酸塩

Daunorubicin Hydrochloride
塩酸ダウノルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl：563.98
(2*S*, 4*S*)−2−Acetyl−4−(3−amino−2, 3, 6−trideoxy−α−L−*lyxo*−hexopyranosyloxy)−2, 5, 12−trihydroxy−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione monohydrochloride ［*23541−50−6*］

本品は，*Streptomyces peucetius* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有するアントラサイクリン系化合物の塩酸塩である.

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 940 ～ 1050 μg (力価) を含む. ただし，本品の力価は，ダウノルビシン塩酸塩 ($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl) としての量を質量 (力価) で示す.

性 状 本品は赤色の粉末である.

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール (99.5) に溶けにくい.

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はダウノルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応 (2)〈1.09〉を呈する.

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：＋250 ～ ＋275° (乾燥物に換算したもの 15 mg，メタノール，10 mL，100 mm).

pH〈2.54〉 本品 0.15 g を水 30 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である.

純度試験

(1) 溶状 本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である.

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).

(3) 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする. この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする. これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム/メタノール/水/酢酸 (100) 混液 (15：5：1：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する. これを肉眼で観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 7.5 % 以下 (0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間).

定 量 法 本品及びダウノルビシン塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

ダウノルビシン塩酸塩 ($C_{27}H_{29}NO_{10}$・HCl) の量 [μg(力価)]
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ダウノルビシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 2−ナフタレンスルホン酸の移動相溶液 (1 → 100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（31：19）にリン酸を加えて pH を 2.2 に調整する．

流量：ダウノルビシンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ダウノルビシンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

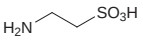
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するダウノルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

タウリン

Taurine

アミノエチルスルホン酸



$C_2H_7NO_3S$：125.15

2-Aminoethanesulfonic acid

［*107-35-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，タウリン（$C_2H_7NO_3S$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶，若しくは白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 4.1 ～ 5.6 である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6）　鉄〈*1.10*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水/エタノール（99.5）/1-ブタノール/酢酸（100）混液（150：150：100：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，105 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，ホルムアルデヒド液 5 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

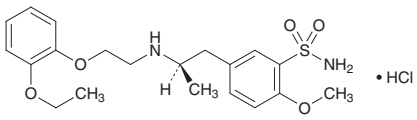
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 12.52 mg $C_2H_7NO_3S$

貯　法　容　　器　密閉容器．

タムスロシン塩酸塩

Tamsulosin Hydrochloride

塩酸タムスロシン



$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$：444.97

5-{(2*R*)-2-[2-(2-Ethoxyphenoxy)ethylamino]propyl}-2-methoxybenzenesulfonamide monohydrochloride

［*106463-17-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，タムスロシン塩酸塩（$C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 160000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同

一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（3 → 400）5 mL を氷冷後，希硝酸 3 mL を加えてよく振り混ぜ，室温で 30 分放置した後，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：－17.5 ～ －20.5°（乾燥後，0.15 g，水，加温，冷後，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質

（i） 本品 50 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 700 mL に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 300 mL を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からタムスロシンの溶出終了までの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 10 mg を移動相 20 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，移動相を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，タムスロシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

（ii） 類縁物質（i）の試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のタムスロシン以外のピーク面積は，標準溶液のタムスロシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は類縁物質（i）の試験条件を準用する．

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす．この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 1000 mL を加える．

流量：タムスロシンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は類縁物質（i）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，類縁物質（i）の移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ～ 2.6 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，酢酸（100）/無水酢酸混液（3：2）75 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 44.50 mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S$・HCl

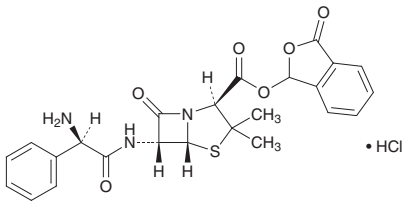
貯 法 容 器 密閉容器．

タランピシリン塩酸塩

Talampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンフタリジル

塩酸タランピシリン



$C_{24}H_{23}N_3O_6S$・HCl：517.98

3-Oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1-yl（2*S*,5*R*,6*R*）-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride ［*47747-56-8*］

本品はアンピシリンのフタリジルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 600

～ 700 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 30）1 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，振り混ぜて 5 分間放置した後，希硫酸 2 mL 及び 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はタランピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 300）10 mL に希硝酸 1 mL を加えた後，硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+151 ～ +171°（脱水物に換算したもの 0.2 g，エタノール（99.5），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL，2 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれにエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にテトラヒドロフラン/酢酸エチル/水/エタノール（95）混液（4：4：2：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たスポットと比較して総量を求めるとき，5 % 以下である．

（4）　2-ホルミル安息香酸　本品 50 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 2-ホルミル安息香酸 10 mg をエタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）混液（4：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンの薄めた硫酸（6 → 25）溶液（1 → 500）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2-ホルミル安息香酸のスポットは，標準溶液から得た 2-ホルミル安息香酸のスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉　3.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びタランピシリン塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．標準溶液は用時調製する．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを別々の 100 mL の共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加えて正確に 15 分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸（1 → 10）2.0 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，更に正確に 15 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉する．必要ならば，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加える．別に試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを別々の 100 mL の共栓フラスコに入れ，それぞれに 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈2.50〉し，補正する．必要ならば，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加える．試料溶液及び標準溶液の消費した 0.005 mol/L ヨウ素液の量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とする．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (V_T / V_S) \times 1000$

W_S：タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

タルク

Talc

本品は天然の含水ケイ酸マグネシウムで，ときに少量のケイ酸アルミニウムを含む．

性　状　本品は白色～灰白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はなめらかな触感があり，皮膚につきやすい．

本品は水，エタノール（95）及びジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.9 g 及び炭酸カリウム 1.3 g を混ぜ，白金るつぼ又はニッケルるつぼ中で加熱し，完全に融解する．冷後，融解物を熱湯 50 mL でビーカーに移し，泡立たなくなるまで塩酸を加えた後，塩酸 10 mL を追加し，水浴上で蒸発乾固する．冷後，水 20 mL を加えて煮沸し，ろ過する．残留物にメチレンブルー溶液（1 → 10000）10 mL を加え，次に水で洗うとき，沈殿は青色を呈する．

（2）（1）で得たろ液に塩化アンモニウム 2 g 及びアンモニア試液 5 mL を加え，必要ならばろ過し，リン酸水素二ナトリウム試液を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸可溶物　本品約 1 g を精密に量り，希塩酸 20 mL を加え，50 ℃ で 15 分間かき混ぜながら加温し，冷後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離し，この液 25 mL をとり，希硫酸 1 mL を加えて蒸発乾固し，800±25 ℃ で恒量になるまで強熱するとき，その量は 2.0 % 以下である．

（2） 液性及び水可溶物　本品 10.0 g に水 50 mL を加え，質量を量り，蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸し，冷後，水を加えて初めの質量とし，ろ過する．必要ならば澄明になるまで遠心分離する．ろ液は中性である．また，ろ液 20 mL を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 4.0 mg 以下である．

（3） 水溶性鉄　（2）のろ液 10 mL に塩酸を加えて弱酸性とし，ヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液を滴加するとき，液は青色を呈しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，ろ過し，初め希硫酸 5 mL，次に水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉　5.0 % 以下（1 g，450 ～ 550 ℃，3 時間）．

貯　法　容　　器　密閉容器．

炭酸カリウム

Potassium Carbonate

K_2CO_3：138.21

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カリウム（K_2CO_3）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粒又は粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 10）はカリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 2 mL 及び希塩酸 6 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 6 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） ナトリウム　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（3 g，180 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 69.10 mg K_2CO_3

貯　法　容　　器　気密容器．

沈降炭酸カルシウム

Precipitated Calcium Carbonate

$CaCO_3$：100.09

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸カルシウム（$CaCO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水にほとんど溶けないが，二酸化炭素が存在すると溶解性を増す．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に泡立って溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品は炭酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 酸不溶物　本品 5.0 g に水 50 mL を加え，かき混ぜながら，塩酸 20 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 200 mL とした後，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱し灰化するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を水 5 mL と混ぜ，徐々に塩酸 6 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 50 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 25 mL に希酢酸 2 mL，アンモニア試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） バリウム　本品 1.0 g に水 10 mL を加え，かき混ぜながら，塩酸 4 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 40 mL とした後，ろ過する．ろ液につき，炎色反応試験（1）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を認めない．

（4） マグネシウム及びアルカリ金属　本品 1.0 g を水 20 mL 及び希塩酸 10 mL の混液に溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，よく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加え，蒸発乾固し，残留物を 600 ℃ で恒量になるまで強

熱するとき，その量は 5.0 mg 以下である．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g を水 1 mL で潤し，希塩酸 4 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，180 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，水 20 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かす．次に水 80 mL，水酸化カリウム溶液（1 → 10）15 mL 及び NN 指示薬 0.05 g を加え，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 5.004 mg $CaCO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate
重曹
重炭酸ナトリウム

$NaHCO_3$：84.01

本品は定量するとき，炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，特異な塩味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で徐々に分解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 30）はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.9 ～ 8.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g に希硝酸 4 mL を加えて沸騰するまで加熱し，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える（0.040 % 以下）．

（3） 炭酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え，15 ℃ 以下で極めて穏やかに揺り動かして溶かし，0.1 mol/L 塩酸 2.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は直ちに赤色を呈しない．

（4） アンモニウム 本品 1.0 g を加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g に水 5 mL 及び塩酸 4.5 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL，水 35 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 4.5 mL を蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（5 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に水 3 mL 及び塩酸 2 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸を滴加し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 84.01 mg $NaHCO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸水素ナトリウム注射液

Sodium Bicarbonate Injection
重炭酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$：84.01）を含む．

製 法 本品は「炭酸水素ナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「炭酸水素ナトリウム」1 g に対応する容量をとり，水を加えて 30 mL とした液はナトリウム塩及び炭酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.5

エンドトキシン〈4.01〉 5.0 EU/mEq 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の炭酸水素ナトリウム（$NaHCO_3$）約 2 g に対応する容量を正確に量り，0.5 mol/L 硫酸を滴加し，以下「炭酸水素ナトリウム」の定量法を準用する．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 84.01 mg $NaHCO_3$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥炭酸ナトリウム

Dried Sodium Carbonate

Na_2CO_3：105.99

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸ナトリウム（Na_2CO_3）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.071 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 7.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 7.5 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.65 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.2 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 52.99 mg Na_2CO_3

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸ナトリウム水和物

Sodium Carbonate Hydrate

炭酸ナトリウム

$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$：286.14

本品は定量するとき，炭酸ナトリウム水和物（$Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$）99.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は無色又は白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は空気中で風解する．

本品は 34 ℃ でその結晶水に溶け，100 ℃ 以上で結晶水を失う．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.071 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 8 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 8 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.65 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.1 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 61.0 ～ 63.0 %（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 3 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸で滴定し，液の青色が黄緑色に変わったとき，注意して煮沸し，冷後，帯緑黄色を呈するまで滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン試液 2 滴）．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 143.1 mg $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

本品は含水塩基性炭酸マグネシウム又は含水正炭酸マグネシウムである．

本品は定量するとき，酸化マグネシウム（MgO：40.30）40.0 ～ 44.0 % を含む．

沈降試験を行うとき，12.0 mL の目盛以下のものは別名として重質炭酸マグネシウムと表示することができる．

性 状 本品は白色のもろい塊又は粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95），1-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に泡立って溶ける．

本品の飽和水溶液はアルカリ性である．

確認試験

（1） 本品 1 g を希塩酸 10 mL に溶かし，煮沸し，冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，必要ならばろ過する．この液はマグネシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品は炭酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 可溶性塩 本品 2.0 g をとり，1-プロパノール 40 mL 及び水 40 mL を加え，絶えずかき混ぜながら沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 10.0 mg 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 4 mL で潤し，希塩酸 10 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 35 mL，希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（30 ppm 以下）．

（3） 鉄〈1.10〉 本品 0.10 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（200 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g を水 1.5 mL で潤し，希塩酸 3.5 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う

(5 ppm 以下).

(5) 酸化カルシウム 本品約 0.6 g を精密に量り，水 35 mL 及び希塩酸 6 mL を加えて溶かす．更に水 250 mL 及び L-酒石酸溶液 (1 → 5) 5 mL を加え，更に 2,2′,2″-ニトリロトリエタノール溶液 (3 → 10) 10 mL，8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：NN 指示薬 0.1 g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 0.5608 mg CaO

酸化カルシウム (CaO：56.08) の量は 0.6 % 以下である．

(6) 酸不溶物 本品 5.0 g をとり，水 75 mL を加え，かき混ぜながら塩酸 10 mL を少量ずつ加え，5 分間煮沸する．冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である．

沈降試験 本品の 100 号 (150 μm) ふるいを通したもの 1.0 g をとり，底部から 150 mm のところに 50 mL の目盛りのある共栓メスシリンダーに入れ，水を加えて 50 mL とし，正確に 1 分間激しく振り混ぜて静置し，15 分間後の沈下物の高さ (mL の目盛り) を測定する．

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り，水 10 mL 及び希塩酸 3.5 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験 (5) で得た酸化カルシウム (CaO) に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.015mg MgO

酸化カルシウム (CaO) 1 mg
= 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 0.36 mL

貯法 容器 密閉容器.

炭酸リチウム
Lithium Carbonate

Li_2CO_3：73.89

本品を乾燥したものは定量するとき，炭酸リチウム (Li_2CO_3) 99.5 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，熱湯に溶けにくく，エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希酢酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 10.9 ～ 11.5 である．

確認試験

(1) 本品につき，炎色反応試験 (1)〈1.04〉を行うとき，持続する赤色を呈する．

(2) 本品 0.2 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びリン酸水素二ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希塩酸 2 mL を追加するとき，溶ける．

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) は炭酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

(2) 酢酸不溶物 本品 1.0 g をとり，希酢酸 40 mL に溶かし，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，水 10 mL ずつで 5 回洗い，ろ紙と共に強熱し，灰化するとき，その量は 1.5 mg 以下である．

(3) 塩化物〈1.03〉 本品 0.40 g をとり，水 10 mL 及び希硝酸 7 mL を加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.022 % 以下)．

(4) 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.40 g をとり，水 10 mL 及び希塩酸 4 mL を加えて沸騰するまで加熱して溶かし，冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)．

(5) 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，水 5 mL を加え，かき混ぜながら徐々に塩酸 10 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 10 mL を加えて溶かした後，ネスラー管に入れ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え，これに鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (5 ppm 以下)．

(6) 鉄〈1.10〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，B 法により試験を行う．ただし，検液の調製には希塩酸 11 mL を用いる．比較液には鉄標準液 1.0 mL を

加える（10 ppm 以下）.

（7） アルミニウム 本品 5.0 g をとり，水 20 mL を加え，かき混ぜながら徐々に塩酸 15 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 50 mL を加えて溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を A 液とする．別に塩酸 15 mL を水浴上で蒸発乾固する．以下同様に操作して得た液を B 液とする.A 液 10 mL に水 10 mL 及び pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加えて振り混ぜた後，L-アスコルビン酸溶液（1 → 100）1 mL，アルミノン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，よく振り混ぜて，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.1758 g に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 1.0 mL に B 液 10 mL 及び水を加えて 20 mL とし,pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加え，以下同様に操作する.

（8） バリウム （7）の A 液 20 mL に水 6 mL，希塩酸 0.5 mL，エタノール（95）3 mL 及び硫酸カリウム試液 2 mL を加えて 1 時間放置するとき，液の呈する混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化バリウム二水和物 17.8 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 6 mL に（7）の B 液 20 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加え，以下同様に操作する.

（9） カルシウム 本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL 及び塩酸 15 mL を加えて溶かし，煮沸して二酸化炭素を除き，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加え，更にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，4 時間放置する．生成した沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，洗液が塩化カルシウム試液で 1 分間以内に混濁を生じなくなるまで温湯で洗った後，沈殿をガラスろ過器と共にビーカーに入れ，ガラスろ過器が覆われるまで水を加え，更に硫酸 3 mL を加えて 70 ～ 80 ℃ に加温した後，0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で 30 秒間持続する微紅色を呈するまで滴定するとき，カルシウム（Ca：40.08）の量は 0.05 % 以下である.

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
= 2.004 mg Ca

(10) マグネシウム （7）の A 液 3.0 mL にチタンエロー溶液（1 → 1000）0.2 mL 及び水を加えて 20 mL とし，水酸化ナトリウム溶液（3 → 20）5 mL を加え，10 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：硫酸マグネシウム七水和物を 105 ℃ で 2 時間乾燥した後，450 ℃ で 3 時間加熱し，その 49.5 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 6 mL に（7）の B 液 3 mL，チタンエロー溶液（1 → 1000）0.2 mL 及び水を加えて 20 mL とし，以下同様に操作する.

(11) カリウム 本品 1.0 g に水を加えて溶かし，100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化カリウム 9.5 mg に水を加えて溶かし，1000 mL とする．この液 5 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する.

(12) ナトリウム 本品約 0.8 g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，試料原液とする．試料原液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウム 25.4 mg を正確に量り，水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．また試料原液 25 mL を正確に量り，標準溶液 20 mL を正確に加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，標準添加溶液とする．試料溶液及び標準添加溶液につき，炎光光度計を用い次の条件でナトリウムの発光強度を測定する．波長目盛りを 589 nm に合わせ，標準添加溶液をフレーム中に噴霧し，その発光強度 L_S が 100 近くの目盛りを示すように感度調節した後，試料溶液の発光強度 L_T を測定する．次に他の条件は同一にし，波長を 580 nm に変え，試料溶液の発光強度 L_B を測定し，次の式によりナトリウムの量を計算するとき，その量は 0.05 % 以下である.

ナトリウム（Na）の量（%）
$= \{(L_T - L_B) / (L_S - L_T)\} \times (W' / W) \times 100$

W：試料原液 25 mL 中の本品の量（mg）
W'：標準溶液 20 mL 中のナトリウムの量（mg）

(13) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，水 100 mL 及び 0.5 mol/L 硫酸 50 mL を正確に加え，静かに煮沸して二酸化炭素を除き，冷後，過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が黄色に変わるときとする（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う.

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 36.95 mg Li_2CO_3

貯 法 容 器 密閉容器.

単シロップ
Simple Syrup

本品は「白糖」の水溶液である.

製 法

白糖	850 g
精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，シロップ剤の製法により製する.

性 状 本品は無色～微黄色の澄明な濃稠の液で，においはなく，味は甘い.

確認試験

（1） 本品を蒸発し，残留物 1 g を加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる.

（2） （1）で得た残留物 0.1 g に希硫酸 2 mL を加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びフェーリング試

液 3 mL を加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

比　重〈*2.56*〉 d^{20}_{20}：1.310 ～ 1.325

純度試験

（1） 人工甘味質　本品 100 mL に水 100 mL を加えて振り混ぜ，その 50 mL に希硫酸を加えて酸性とし，また，別の 50 mL に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし，それぞれにジエチルエーテル 100 mL ずつを加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取して合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，更に蒸発乾固するとき，残留物は甘味がない．

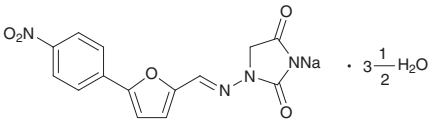
（2） サリチル酸　（1）の残留物に希塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は紫色を呈しない．

貯　法　容　　器　気密容器．

ダントロレンナトリウム水和物

Dantrolene Sodium Hydrate

ダントロレンナトリウム



$C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：399.29

Monosodium 3-[5-(4-nitrophenyl)furan-2-ylmethylene]amino-2,5-dioxo-1,3-imidazolidinate hemiheptahydrate　[*14663-23-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ダントロレンナトリウム（$C_{14}H_9N_4NaO_5$：336.23）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は帯黄だいだい色～濃だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はプロピレングリコールにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又は酢酸（100）に極めて溶けにくく，アセトン，テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.1 g に水 20 mL 及び酢酸（100）2 滴を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ　本品約 0.7 g に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離又はメンブランフィルターを用いてろ過する．上澄液又はろ液の 5 mL をとり，水 45 mL，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき，赤色を呈しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg にテトラヒドロフラン 20 mL 及び酢酸（100）2 mL を加えて溶かし，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のダントロレン以外のピークの合計面積は，標準溶液のダントロレンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：300 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸（100）/エタノール（99.5）混液（90：10：9）

流量：ダントロレンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 5 mg 及びテオフィリン 0.1 g をテトラヒドロフラン 20 mL 及び酢酸（100）2 mL に溶かし，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，テオフィリン，ダントロレンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たダントロレンのピーク高さがフルスケールの 10 ～ 40 % になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からダントロレンの保持時間の約 2 倍の範囲

水　分〈*2.48*〉 14.5 ～ 17.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.7 g を精密に量り，プロピレングリコール/アセトン混液（1：1）180 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 33.62 mg $C_{14}H_9N_4NaO_5$

貯　法　容　　器　気密容器．

単軟膏
Simple Ointment

製　法

ミツロウ	330 g
植物油	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色で，弱いにおいがある．

貯　法　**容　　器**　気密容器．

タンニン酸
Tannic Acid

本品は，通例，五倍子又は没食子から得たタンニンである．

性　状　本品は黄白色～淡褐色の無晶形の粉末，光沢のある小葉片又は海綿状の塊で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて渋い．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 400）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）5 mL ずつにそれぞれアルブミン試液 1 滴，ゼラチン試液 1 滴又はデンプン試液 1 mL を加えるとき，それぞれ沈殿を生じる．

純度試験

（1）　ゴム質，デキストリン又は糖類　本品 3.0 g を熱湯 15 mL に溶かすとき．液は混濁してもわずかである．この液を冷却してろ過し，ろ液 5 mL にエタノール（95）5 mL を加えるとき，液は混濁しない．更にジエチルエーテル 3 mL を追加するとき，混濁しない．

（2）　樹脂状物質　（1）のろ液 5 mL に水 10 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　12.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（0.5 g）．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

タンニン酸アルブミン
Albumin Tannate
タンナルビン

本品はタンニン酸とたん白質との化合物である．

本品はそのたん白質の基原を表示する．

性　状　本品は淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液を加えるとき，混濁して溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.1 g にエタノール（95）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色～青黒色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.1 g に硝酸 5 mL を加えるとき，液はだいだい黄色を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 25 mL に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　脂肪　本品 2.0 g に石油ベンジン 20 mL を加え，15 分間強く振り混ぜてろ過し，ろ液 10 mL を水浴上で蒸発するとき，残留物は 50 mg 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（0.5 g）．

消化試験　本品 1.00 g に含糖ペプシン 0.25 g 及び水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，40 ± 1 ℃ の水浴中で 20 分間放置し，希塩酸 1.0 mL を加えて振り混ぜ，次に 40 ± 1 ℃ の水浴中に 3 時間放置した後，直ちに常温まで急冷し，ろ過する．残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗い，デシケーター（シリカゲル）で 18 時間乾燥した後，105 ℃ で 5 時間乾燥するとき，その量は 0.50 ～ 0.58 g である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

タンニン酸ジフェンヒドラミン
Diphenhydramine Tannate

本品はジフェンヒドラミンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン（$C_{17}H_{21}NO$：255.35）25.0 ～ 35.0 % を含む．

性　状　本品は灰白色～淡褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 g に水 15 mL 及び希塩酸 0.3 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 10 mL を分液漏斗に入れ，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し，クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）（1）の残留物の水溶液（1 → 100）10 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 10 mL を滴加し，30 分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 128 ～ 133 ℃ である．

（3）（1）の試料溶液 1 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は暗青紫色を呈する．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 7.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 1.7 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL 及び希塩酸 3.0 mL を加え，よく振り混ぜて溶かした後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）20 mL を加え，更にイソオクタン 25 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜる．これに塩化ナトリウム 2 g を加え，振り混ぜて溶かし，静置する．イソオクタン層 20 mL を正確に量り，酢酸（100）80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

タンニン酸ベルベリン

Berberine Tannate

本品はベルベリンとタンニン酸との化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン（$C_{20}H_{19}NO_5$：353.37）27.0 ～ 33.0 % を含む．

性 状 本品は黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g にエタノール（95）10 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青緑色を呈し，放置するとき，青黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g にメタノール 10 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 0.4 mL を加えて溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 8 mL に水を加えて 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 酸 本品 0.10 g に水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 38 mL 及び希硝酸 12 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に希硝酸 6 mL，ブロモフェノールブルー試液 10 ～ 15 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 48 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL，ブロモフェノールブルー試液 5 ～ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベルベリンのピーク面積が，標準溶液のベルベリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 6.0 % 以下（0.7 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 30 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途「ベルベリン塩化物水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン（$C_{20}H_{19}NO_5$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.9504$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL に溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

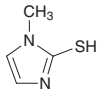
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

チアマゾール

Thiamazole



$C_4H_6N_2S$：114.17

1-Methyl-1*H*-imidazole-2-thiol ［*60-56-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアマゾール（$C_4H_6N_2S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg を水 1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸（31）1 mL を加えるとき，液は青色となる．

（2）　本品の水溶液（1 → 200）2 mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は濃青色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　144 ～ 147 ℃

純度試験

（1）　セレン　本品 0.10 g をとり，薄めた硝酸（1 → 30）25 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，検液をビーカーに移す．水 25 mL で，C，B 及び A の内壁を洗い，洗液を検液に合わせる．この液を 10 分間静かに煮沸した後，室温まで冷却し，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン 40 mg をとり，薄めた硝酸（1 → 2）100 mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 60）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 mL ずつを正確に量り，ビーカーにとり，それぞれにアンモニア水（28）を加えて pH を 1.8 ～ 2.2 とする．これに塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に 2,3-ジアミノナフタリン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する．それぞれの液を分液漏斗に入れ，ビーカーを水 10 mL で洗い，洗液を合わせ，シクロヘキサン 5.0 mL を加えて 2 分間よく振り混ぜて抽出する．シクロヘキサン層をとり，遠心分離して水分を除く．これらの液につき，薄めた硝酸（1 → 60）40 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．標準溶液から得た液の波長 378 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 75 mL に溶かし，ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を加え，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加えた後，ブロモチモールブルー試液 1 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 11.42 mg $C_4H_6N_2S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

チアマゾール錠

Thiamazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するチアマゾール（$C_4H_6N_2S$：114.17）を含む．

製　法　本品は「チアマゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「チアマゾール」0.05 g に対応する量をとり，熱エタノール（95）20 mL を加え，

15 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 10 mL に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 1 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，液は黄色から徐々に黄緑色～緑色に変わる．この液に酢酸（31）1 mL を加えるとき，液は青色となる．

（2）（1）の試料溶液 2 mL につき，「チアマゾール」の確認試験（2）を準用する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアマゾール（$C_4H_6N_2S$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，水 80 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，水を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離し，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 50 mL を正確に量り，ブロモチモールブルー試液 1 mL を加え，もし，液の色が青色となるときは，緑色となるまで 0.1 mol/L 塩酸を加えて中和する．この液にビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.5 mL を加え，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 15 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈*2.50*〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 11.42 mg $C_4H_6N_2S$

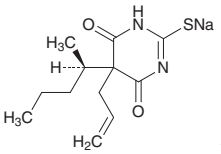
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33

Monosodium 5-allyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate ［*337-47-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，チアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）97.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は淡黄色の結晶又は粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 10.0 ～ 11.0 である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（7 → 1000000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を 11 ～ 13 mL の共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加え，密栓して静置し，時々穏やかに振り混ぜて溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/メタノール/酢酸エチル混液（40：7：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に一夜放置するとき，試料溶液から得た R_f 値 0.1 付近のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット，原点のスポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，メタノール 50 mL 及び希塩酸 5 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別にチアミラール標準品を 105 ℃，1 時間乾燥し，その約 23 mg を精密に量り，メタノール 50 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 10 \times 1.0864$

W_S：チアミラール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸フェニルのメタノール溶液（3 →

500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：289 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/pH 4.6 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（13：7）

流量：チアミラールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミラール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミラールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

注射用チアミラールナトリウム

Thiamylal Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$：276.33）を含む．

製　法　本品は「チアミラールナトリウム」100 及び「乾燥炭酸ナトリウム」7 を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色の結晶，粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水 1 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．また，この液を遠心分離し，上澄液を静かに取り除いた後，沈殿に希塩酸を滴加するとき，沈殿は泡立って溶ける．

（2）　本品 50 mg にエタノール（95）100 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 3 mL をとり，エタノール（95）を加えて 200 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 236 ～ 240 nm 及び 287 ～ 291 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 10.5 ～ 11.5 である．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g にエタノール（95）10 mL を加えて激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の純度試験（3）を準用する．

エンドトキシン〈4.01〉　1.0 EU/mg 未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個をとり，各々の容器を注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器を水で洗い，洗液は先の液と合わせ，1 mL 中にチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）約 5 mg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とする．この液 5 mL を正確に量り，希塩酸 0.5 mL 及びメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．以下「チアミラールナトリウム」の定量法を準用する．

本品 1 個中のチアミラールナトリウム（$C_{12}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50) \times 1.0864$$

W_S：チアミラール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液（3 → 500）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

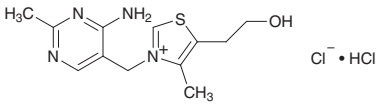
チアミン塩化物塩酸塩

Thiamine Chloride Hydrochloride

塩酸チアミン

チアミン塩酸塩

ビタミン B_1 塩酸塩



$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride　[*67-03-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はチアミン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は 105 ℃ で 2 時間乾燥したチアミン塩化物塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれ水に溶かした後，水を蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（4） 本品の水溶液（1 → 500）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.7 ～ 3.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 1.5 mL に水を加えて 1000 mL とする．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 硝酸塩 本品 0.5 g を水 25 mL に溶かし，この液 2 mL に硫酸 2 mL を加えて振り混ぜ，冷後，硫酸鉄（Ⅱ）試液を層積するとき，境界面に暗褐色の輪帯を生じない．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチアミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：チアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たチアミンのピーク面積が，標準溶液のチアミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チアミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 5.0 % 以下（30 mg，電量滴定法）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．この液 600 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）400 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩散

Thiamine Chloride Hydrochloride Powder
塩酸チアミン散
チアミン塩酸塩散
ビタミン B_1 塩酸塩散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）を含む．

製　法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.02 g に対応する量をとり，水 50 mL 及び希酢酸 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．このろ液 5 mL につき「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定 量 法　本品のチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液 60 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱した後，10 分間激しく振り混ぜ，冷後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/5)$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 200）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

チアミン塩化物塩酸塩注射液

Thiamine Chloride Hydrochloride Injection
塩酸チアミン注射液
チアミン塩酸塩注射液
ビタミン B_1 塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$：337.27）を含む．

製　法　本品は「チアミン塩化物塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．
pH：2.5 ～ 4.5

確認試験　本品の表示量に従い「チアミン塩化物塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，水を加えて 25 mL とし，この液 5 mL につき，「チアミン塩化物塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のチアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）約 20 mg に対応する容量を，必要ならば 0.001 mol/L 塩酸試液で薄めた後，正確に量り，メタノール 20 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノール 20 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「チアミン塩化物塩酸塩」の定量法を準用する．

チアミン塩化物塩酸塩（$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/5)$

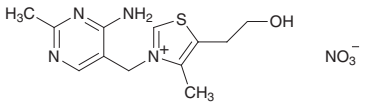
W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 200）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

チアミン硝化物

Thiamine Nitrate
硝酸チアミン
ビタミン B_1 硝酸塩



$C_{12}H_{17}N_5O_4S$：327.36
3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate ［*532-43-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアミン硝化物（$C_{12}H_{17}N_5O_4S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 193 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL ずつに，ヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき赤褐色の沈殿又は混濁を生じ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 1 mL を加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 500）1 mL に酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1 mL を加えて加温するとき，液は黄色を経て褐色に変わり，放置するとき，黒褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.053 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.5 g に水 30 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて溶かし，これに水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 30 mL を加え，加温して溶かし，冷後，6 mol/L 酢酸試液 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥したもの及びチアミン塩化物塩酸塩標準品（別途「チアミン塩化物塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チアミン硝化物（$C_{12}H_{17}N_5O_4S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 0.9706$

W_S：脱水物に換算したチアミン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．この液 600 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）400 mL を加える．

流量：チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，チアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

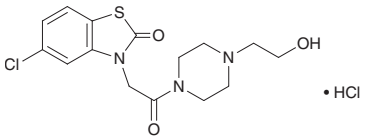
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チアラミド塩酸塩

Tiaramide Hydrochloride

塩酸チアラミド



$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$：392.30

5-Chloro-3-{2-[4-(2-hydroxyethyl)piperazin-1-yl]-2-oxoethyl}-1,3-benzothiazol-2(3*H*)-one monohydrochloride ［*35941-71-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チアラミド塩酸塩（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.5 である．

融点：約 265 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし，ドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，操作法における薄めた塩酸（1 → 2）の加える量を 20 mL とする（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール（7 → 10）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたエタノール（7 → 10）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 100 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ニュートラルレッド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は，液の赤色が紫色を経て青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.23 mg $C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

チアラミド塩酸塩錠

Tiaramide Hydrochloride Tablets

塩酸チアラミド錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$：355.84）を含む．

製 法 本品は「チアラミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 285 ～ 289 nm 及び 292 ～ 296 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従いチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）0.1 g に対応する量をとり，薄めたエタノール（99.5）（7 → 10）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミド 0.11 g をとり，薄めたエタノール（7 → 10）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液，続いて薄めた硝酸（1 → 50）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 1 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液 $3V/5$ mL を加えて 60 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 55 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 50) \times 0.907$$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，50 mg 錠では 15 分後，100 mg 錠では 30 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 50 mg 錠の 15 分間の溶出率及び 100 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ

80 % 以上である．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 360 \times 0.907$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）
C：1 錠中のチアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 60 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸チアラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.11 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

チアラミド（$C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.907$

W_S：定量用塩酸チアラミドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

チアントール
Thianthol

本品はジメチルチアントレン及びジトルエンジスルフィドからなる．

本品は定量するとき，イオウ（S：32.07）23.5 ～ 26.5 % を含む．

性 状 本品は帯黄色の粘性の液で，不快でない弱いにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は，冷時，結晶を析出することがあるが，加温すると溶ける．

比重 d^{20}_{20}：1.19 ～ 1.23

確認試験 本品 0.1 g に硫酸 5 mL を注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，これに硝酸 5 ～ 6 滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる．

純度試験

（1） 液性 本品 10 g に水 20 mL を加え，振り混ぜて放置した後，分取して得た水層は中性である．

（2） 硫酸塩 （1）の水層 10 mL に塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 10 mg を精密に量り，薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 10）5 mL 及び過酸化水素試液 1.0 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のイオウの定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器 気密容器．

複方チアントール・サリチル酸液
Compound Thianthol and Salicylic Acid Solution

本品は定量するとき，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）1.8 ～ 2.2 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.2 w/v% を含む．

製 法

チアントール	200 mL
サリチル酸	20 g
フェノール	20 g
オリブ油	50 mL
エーテル	100 mL
石油ベンジン	適 量
全 量	1000 mL

「サリチル酸」及び「フェノール」を「エーテル」に溶かし，これに「チアントール」，「オリブ油」及び「石油ベンジン」を加え，溶解混和し，全量を 1000 mL とする．

性 状 本品は淡黄色の液で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品 1 mL を磁製皿にとり，水浴上で蒸発乾固する．これに硫酸 5 mL を注意して加えるとき，液は青紫色を呈し，更に硝酸 5 ～ 6 滴を滴加するとき，ガスを発生し，黄赤色に変わる（チアントール）．

（2） 本品 10 mL に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取する．この液 0.5 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする．この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（3） （2）の上層を更に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL で洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．この抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（4） 本品 1 mL にエタノール（95）10 mL を混和し，試料溶液とする．別にサリチル酸，フェノール及びチアントール 0.01 g ずつをそれぞれエタノール（95）5 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として，約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）70 mL を加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し，その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 0.2 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 5)$

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 5)$

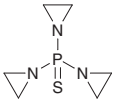
W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液（1 → 10000）
操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法
保存条件　遮光して，25 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

チオテパ

Thiotepa



$C_6H_{12}N_3PS$：189.22
Tris(aziridin-1-yl)phosphine sulfate ［*52-24-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チオテパ（$C_6H_{12}N_3PS$）98.0 % 以上を含む．

性　状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験
（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に七モリブデン酸六アンモニウム試液 1 mL を加えて放置するとき，液は冷時徐々に，温時速やかに暗青色を呈する．
（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に硝酸 1 mL を加えた液は，リン酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．
（3） 本品 0.1 g を酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL の混液に溶かした後，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変し，液は灰赤色を呈する．

融　点〈*2.60*〉 52 ～ 57 ℃

純度試験
（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，硝酸 1 mL 及び硫酸 1 mL を加え，以下第 2 法により検液を調製し，試験を行う（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

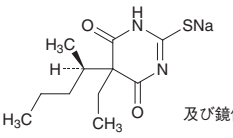
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，チオシアン酸カリウム溶液（3 → 20）50 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え，しばしば振り混ぜながら 20 分間放置した後，過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 6.307 mg $C_6H_{12}N_3PS$

貯　法
保存条件　遮光して，冷所に保存する．
容　　器　気密容器．

チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium



$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32

Monosodium 5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine-2-thiolate　[*71-73-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）はアルカリ性である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に分解する．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，酢酸鉛（Ⅱ）試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，加熱するとき沈殿は溶け，更に煮沸するとき，徐々に黒色の沈殿を生じる．また，この沈殿は硫化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発し，105 ℃ で 2 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 157 ～ 162 ℃ である．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を水 76 mL に溶かし，希塩酸 4 mL を加えて振り混ぜ，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過し，ろ液 40 mL に酢酸アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL，酢酸アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　中性又は塩基性物質　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ過した後，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.50 % 以下である．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチオペンタール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチオペンタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える．

流量：チオペンタールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：チオペンタールの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たチオペンタールのピーク面積が，標準溶液のチオペンタールのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チオペンタールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，エタノール（95）5 mL，希塩酸 10 mL を加え，クロロホルム 50 mL で抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，前後のクロロホルム抽出液と合わせ，三角フラスコ中にろ過する．ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，エタノール（95）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．別にクロロホルム 160 mL にエタノール（95）30 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 26.43 mg $C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

注射用チオペンタールナトリウム

Thiopental Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$：264.32）を含む．

製　法　本品は「チオペンタールナトリウム」100 及び「乾燥炭酸ナトリウム」6 を質量の割合にとって混ぜ，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は淡黄色の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，無水ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，希塩酸を滴加するとき，泡立って溶ける．

（2）「チオペンタールナトリウム」の確認試験を準用する．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 10.2 ～ 11.2 である．

純度試験　「チオペンタールナトリウム」の純度試験を準用する．

乾燥減量 〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個をとり，各々の容器は注意して開封する．それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液のチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）約 15 mg に対応する容量 V mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた希水酸化ナトリウム試液（1 → 100）15 mL を加えた後，水を加えて正確に 30 mL とし，試料溶液とする．別に定量用チオペンタールを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 46 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かした後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 〈*2.24*〉 により試験を行い，波長 304 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 個中のチオペンタールナトリウム（$C_{11}H_{17}N_2NaO_2S$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (300 / V) \times 1.0907$$

W_S：定量用チオペンタールの秤取量（mg）

貯　法

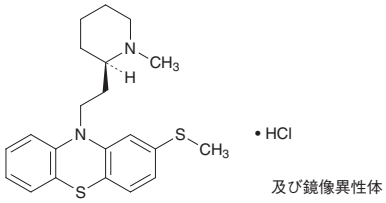
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

チオリダジン塩酸塩

Thioridazine Hydrochloride

塩酸チオリダジン



$C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$：407.04

10-{2-[(2*RS*)-1-Methylpiperidin-2-yl]ethyl}-2-methylsulfanyl-10*H*-phenothiazine monohydrochloride

［*130-61-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チオリダジン塩酸塩（$C_{21}H_{26}N_2S_2 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は濃青色を呈する．

（2）　本品 0.01 g を水 2 mL に溶かし，硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 1 滴を加えるとき，液は青色を呈し，この色は過量の試液を加えると消える．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 〈*2.25*〉 の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は，塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点 〈*2.60*〉　159 ～ 164 ℃

純度試験

（1）　重金属 〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素 〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー 〈*2.03*〉 により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポ

ットする．次にクロロホルム/2-プロパノール/アンモニア水（28）混液（74：25：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 40.70 mg $C_{21}H_{26}N_2S_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チオ硫酸ナトリウム水和物

Sodium Thiosulfate Hydrate

チオ硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18

本品を乾燥したものは定量するとき，チオ硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_3$：158.11）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中では風解し，湿った空気中で潮解する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10）はチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を徐々に加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物に水 15 mL を加え，2 分間穏やかに煮沸した後，ろ過する．ろ液を沸騰するまで加熱し，熱時臭素試液を加え，液が澄明となり，臭素がわずかに過量となったとき，更に煮沸して臭素を除く．冷後，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加する．これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） カルシウム 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，シュウ酸アンモニウム試液 2 mL を加え，4 分間放置するとき，液は混濁しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g に硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 32.0 ～ 37.0 %（1 g，減圧，40 ～ 45 ℃，16 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 15.81 mg $Na_2S_2O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

チオ硫酸ナトリウム注射液

Sodium Thiosulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するチオ硫酸ナトリウム水和物（$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$：248.18）を含む．

製 法 本品は「チオ硫酸ナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品はナトリウム塩及びチオ硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされたものは，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のチオ硫酸ナトリウム水和物（$Na_2S_2O_3$・$5H_2O$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 30 mL とし，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

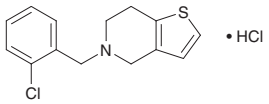
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 24.82 mg $Na_2S_2O_3$・$5H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．

チクロピジン塩酸塩

Ticlopidine Hydrochloride

塩酸チクロピジン



$C_{14}H_{14}ClNS$・HCl：300.25

5-(2-Chlorobenzyl)-4,5,6,7-tetrahydrothieno[3,2-*c*]pyridine monohydrochloride

[*53885-35-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チクロピジン塩酸塩（$C_{14}H_{14}ClNS$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチ

ルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.5 g を塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液（1）とする．別に試料溶液 1 mL を正確に量り，塩酸のメタノール溶液（1 → 20000）を加えて正確に 50 mL とした液を標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次に水/1-ブタノール/酢酸（100）混液（5：4：1）の上層を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．薄層板（1）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，100 ℃で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

（4） ホルムアルデヒド 本品 0.80 g を水 19.0 mL に溶かし，4 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL を加え，よく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上層をろ過する．ろ液 5.0 mL をとり，アセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて混和した後，40 ℃ で 40 分間加温するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ホルムアルデヒド液 0.54 g を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする．用時製する．この液 8.0 mL に水を加えて 20.0 mL とし，ろ過する．ろ液 5.0 mL をとり，アセチルアセトン試液 5.0 mL を加え，以下同様に操作する．

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

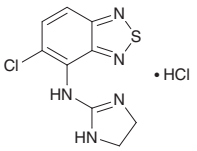
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.03 mg $C_{14}H_{14}ClNS \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

チザニジン塩酸塩

Tizanidine Hydrochloride

塩酸チザニジン



$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$：290.17

5-Chloro-*N*-(4,5-dihydro-1*H*-imidazol-2-yl)-2,1,3-benzothiadiazole-4-amine monohydrochloride

［*64461-82-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チザニジン塩酸塩（$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，無水酢酸又は酢酸（100）にほとんど溶けない．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の薄めた 1 mol/L アンモニア試液（1 → 10）溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 60 mg を水/アセトニトリル混液（17：3）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（17：3）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチザニジン以外のピークの面積は，標準溶液のチザニジンのピーク面積の 1/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：試料注入後，約 3 分間は 230 nm，それ以降は 318 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 12.5 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシル

シリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/ギ酸混液（200：1）にアンモニア水（28）を加えて pH 8.5 に調整する．

移動相 B：アセトニトリル/移動相 A 混液（4：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	81 → 68	19 → 32
10 ～ 13	68	32
13 ～ 26	68 → 10	32 → 90
26 ～ 28	10	90

流量：チザニジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチザニジンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（17：3）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たチザニジンのピーク面積が標準溶液のピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：本品及び *p*-トルエンスルホン酸一水和物 2 mg ずつを水/アセトニトリル混液（17：3）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，*p*-トルエンスルホン酸，チザニジンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チザニジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.2 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.02 mg $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

窒素

Nitrogen

N_2：28.01

本品は定量するとき，窒素（N_2）99.5 vol% 以上を含む．

性 状 本品は無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は温度 20 ℃，気圧 101.3 kPa で水 65 mL 又はエタノール（95）9 mL に溶ける．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.251 g である．

本品は不活性であり，空気中では燃えない．

確認試験 本品に燃えている木片を入れるとき，直ちに消える．

純度試験 二酸化炭素 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上 18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ，次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，15 分間で本品 1000 mL を管中に通じるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管にとり，炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える．

定 量 法 本品の採取は純度試験を準用する．本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，酸素のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，酸素のピーク面積 A_S を求める．

窒素（N_2）の量（vol%）＝ $100 - (A_T / A_S)$

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 250 ～ 350 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：酸素の保持時間が約 3 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に酸素 1.0 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を 5 回繰り返すとき，酸素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

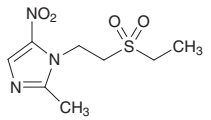
貯 法

保存条件 40 ℃ 以下で保存する．

容 器 耐圧金属製密封容器．

チニダゾール

Tinidazole



$C_8H_{13}N_3O_4S$：247.27

1-[2-(Ethylsulfonyl)ethyl]-2-methyl-5-nitro-1*H*-imidazole

[*19387-91-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チニダゾール（$C_8H_{13}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　125 ～ 129 ℃

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える（0.043 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 100 ℃ で 5 分間加熱し，冷後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.73 mg $C_8H_{13}N_3O_4S$

貯　法

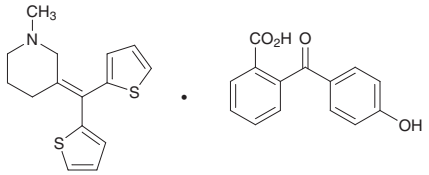
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

チペピジンヒベンズ酸塩

Tipepidine Hibenzate

ヒベンズ酸チペピジン



$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66

3-(Dithien-2-ylmethylene)-1-methylpiperidine mono[2-(4-hydroxybenzoyl)benzoate]　[*31139-87-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 5 mL に溶かすとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.3 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．クロロホルム抽出液を合し，水 10 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及び水 5 mL を加えて溶かす．この液 2 mL にライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　189 ～ 193 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を酢酸（100）10 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm におけ

る吸光度は 0.16 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）類縁物質

（i）本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/テトラヒドロフラン混液（32：13）

流量：チペピジンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンが溶出するまでの範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，チペピジンとパラオキシ安息香酸プロピルの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

（ii）本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のヒベンズ酸及びチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/酢酸アンモニウム溶液（1 → 500）混液（13：7）

流量：チペピジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチペピジンの保持時間の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たチペピジンのピーク面積が，標準溶液のチペピジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 12 mg 及びキサンテン 4 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，チペピジン，キサンテンの順に溶出し，チペピジンとキサンテンの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チペピジンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，60 ℃，減圧，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 51.77 mg $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

チペピジンヒベンズ酸塩錠

Tipepidine Hibenzate Tablets

ヒベンズ酸チペピジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するチペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$：517.66）を含む．

製 法 本品は「チペピジンヒベンズ酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ酸塩」44 mg に対応する量をとり，水 5 mL を加えて 1 分間振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する．全抽出液を合わせ，水 10 mL で洗った後，クロロホルム層をろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に 1 mol/L 塩酸試液 0.2 mL 及び水 2 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「チペピジンヒベンズ

酸塩」11 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）30 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間加温する．冷後，エタノール（99.5）を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL にエタノール（99.5）を加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 282 ～ 286 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液をとり，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 0.11 g を精密に量り，薄めたエタノール（3 → 4）80 mL を加えて，時々加温しながら溶かす．冷後，薄めたエタノール（3 → 4）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 900 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 286 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 360 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (20 / C)$

W_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量（mg）

C：1 錠中のチペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする，チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）約 22 mg に対応する量を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）10 mL 及びメタノール 30 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間加温する．冷後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヒベンズ酸チペピジンをデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）10 mL 及びメタノール 30 mL に溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

チペピジンヒベンズ酸塩（$C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸ジブカインのメタノール溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸（1 → 1000）溶液（1 → 500）/アセトニトリル/2-プロパノール混液（3：2：1）

流量：チペピジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，チペピジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するチペピジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

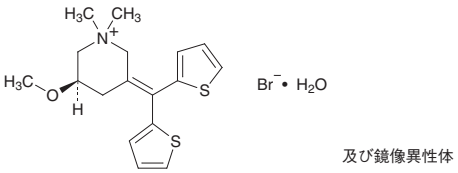
容 器 気密容器．

チメピジウム臭化物水和物

Timepidium Bromide Hydrate

臭化チメピジウム

チメピジウム臭化物



$C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$：418.41

(5*RS*)-3-(Dithien-2-ylmethylene)-5-methoxy-1,1-dimethylpiperidinium bromide monohydrate

［*35035-05-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，チメピジウム臭化物（$C_{17}H_{22}BrNOS_2$：400.40）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，水又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 5.3 ～ 6.3 である．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン・硫酸試液 1 mL を加えるとき，本品は赤紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペ

クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水/酢酸（100）/酢酸エチル混液（5：4：1：1：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 3.5 ～ 5.0 %（0.4 g，容量適定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（2：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 40.04 mg $C_{17}H_{22}BrNOS_2$

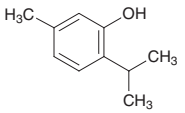
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チモール

Thymol



$C_{10}H_{14}O$：150.22

5-Methyl-2-(1-methylethyl)phenol ［*89-83-8*］

本品は定量するとき，チモール（$C_{10}H_{14}O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の塊で，芳香性のにおいがあり，舌をやくような味がある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は水に入れると沈み，加温すると融解して水面に浮く．

確認試験

（1） 本品の酢酸（100）溶液（1 → 300）1 mL に，硫酸 6 滴及び硝酸 1 滴を加えるとき，液は反射光で青緑色，透過光で赤紫色を呈する．

（2） 本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，数分間加熱を続けるとき，液は徐々に淡黄赤色を呈し，これを室温に放置するとき，暗黄褐色となる．この液にクロロホルム 2 ～ 3 滴を加えて振り混ぜるとき，液は次第に紫色を呈する．

（3） 本品に等量のカンフル又はメントールを加えてすり混ぜるとき，液化する．

融 点〈2.60〉 49 ～ 51 ℃

純度試験

（1） 不揮発性残留物 本品 2.0 g を水浴上で加熱して揮散し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） 他のフェノール類 本品 1.0 g に温湯 20 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈しても，青色～紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL 及び希硫酸 20 mL を加え，氷水中で 30 分間冷却する．次に 0.05 mol/L 臭素液 20 mL を正確に加え，直ちに密栓して暗所で時々振り混ぜながら氷水中に 30 分間放置した後，ヨウ化カリウム試液 14 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．ただし，滴定の終点近くでは密栓して激しく振り混ぜ，終点はクロロホルム層の青色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 3.755 mg $C_{10}H_{14}O$

貯 法

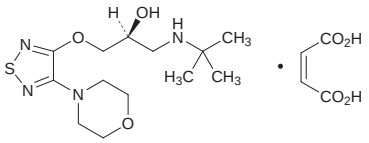
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

チモロールマレイン酸塩

Timolol Maleate

マレイン酸チモロール



$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$：432.49

(2*S*)-1-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-3-(4-morpholin-4-yl-1,2,5-thiadiazol-3-yloxy)propan-2-ol monomaleate

［*26921-17-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，チモロールマレイン

酸塩（$C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（99.5）にやや溶けやすい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の　0.1 mol/L　塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：　−5.7 ～ −6.2°（乾燥後，1.25 g，1 mol/L　塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL　に溶かした液の pH は 3.8 ～ 4.3 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 440 nm における吸光度は 0.05 以下である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品　2.0 g　をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液　2.0 mL　を加える（10 ppm　以下）．

（3）　類縁物質　本品 30 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のマレイン酸及びチモロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のチモロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1−ヘキサンスルホン酸ナトリウム 1.9 g を水 1800 mL に溶かし，トリエチルアミン 6.0 mL 及びギ酸 8.0 mL を加え，更にギ酸を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 2000 mL とする．この液 1400 mL にメタノール 500 mL 及びアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：チモロールの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からチモロールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 25 μL から得たチモロールのピーク面積が標準溶液のチモロールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，チモロールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1500 段以上，2.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チモロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）90 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 43.25 mg $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

チンク油

Zinc Oxide Oil

本品は定量するとき，酸化亜鉛（ZnO：81.41）45.0 ～ 55.0 % を含む．

製　法

酸化亜鉛	500 g
植物油	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，研和して製する．ただし，植物油の一部の代わりに「ヒマシ油」又はポリソルベート 20 適量を用いることができる．

性　状　本品は白色～類白色の泥状物で，長く静置するとき，成分の一部を分離する．

確認試験　本品をよく混和し，その 0.5 g をるつぼにとり，加温して融解し，徐々に温度を高めて全く炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

定 量 法　本品をよく混和し，その約 0.8 g を精密に量り，るつぼに入れ，徐々に温度を高めて全く炭化し，次に残留物が黄色となるまで強熱し，冷後，水 1 mL 及び塩酸 1.5 mL を加えて溶かした後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）を液がわずかに沈殿を生じるまで加え，次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム

緩衝液 5 mL を加えた後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）.

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　= 4.071 mg ZnO

貯　法　容　　器　気密容器.

ツバキ油

Camellia Oil
OLEUM CAMELLIAE
椿油

本品はヤブツバキ（ツバキ）*Camellia japonica* Linné（*Theaceae*）の種皮を除いた種子から得た脂肪油である.

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油で，ほとんどにおい及び味がない.

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する.

本品はエタノール（95）に溶けにくい.

本品は－10 ℃ で一部分，－15 ℃ で全部凝固する.

比重　d^{25}_{25}：0.910 ～ 0.914

確認試験　本品 2 mL にあらかじめ室温にまで冷却した発煙硝酸/硫酸/水混液（1：1：1）10 mL を穏やかに加えるとき，境界面は帯青緑色を呈する.

酸　価〈*1.13*〉　2.8 以下.

けん化価〈*1.13*〉　188 ～ 194

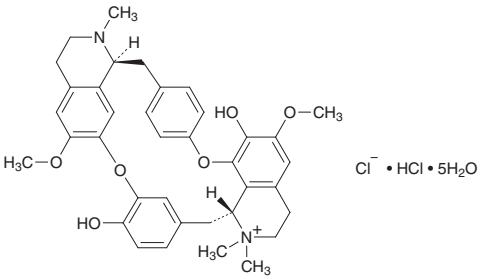
不けん化物〈*1.13*〉　1.0 % 以下.

ヨウ素価〈*1.13*〉　78 ～ 83

貯　法　容　　器　気密容器.

ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物

Tubocurarine Chloride Hydrochloride Hydrate
塩化ツボクラリン
ツボクラリン塩化物



$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$：771.72
7′,12′-Dihydroxy-6,6′-dimethoxy-2,2′,2′-trimethyltubocuraranium chloride monohydrochloride pentahydrate　［*41354-45-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ツボクラリン塩化物塩酸塩（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl：681.65）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない.

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH〈*2.54*〉は 4.0 ～ 6.0 である.

融点：約 270 ℃（分解）.

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）20 mL に硫酸 0.2 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）2 mL を加えて振り混ぜ，水浴上で 30 分間加熱するとき，液の色は黄色である.

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にライネッケ塩一水和物溶液（1 → 25）1 mL を加えるとき，赤色の沈殿を生じる.

（3）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はツボクラリン塩化物塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する.

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋210 ～ ＋220°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，3 時間放置後，100 mm）.

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　クロロホルム可溶物　本品の乾燥物に換算して約 0.2 g を精密に量り，水 200 mL 及び炭酸水素ナトリウム飽和溶液 1 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，質量既知のビーカーに脱脂綿を用いてろ過し，クロロホルム 5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 % 以下である．これに水 10 mL を加えるとき溶けないが，塩酸 1 mL を追加してかき混ぜるとき，溶ける.

乾燥減量〈*2.41*〉　9 ～ 12 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），105 ℃，4 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g）.

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.08 mg $C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　気密容器.

ツボクラリン塩化物塩酸塩注射液

Tubocurarine Chloride Hydrochloride Injection

塩化ツボクラリン注射液

ツボクラリン塩化物注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$：771.72）を含む．

製　法　本品は「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とする．この液につき，「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」3 mg に対応する容量をとり，「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」の確認試験（2）を準用する．

（3）　本品の表示量に従い「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」3 mg に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 281 nm に吸収の極大を示し，253 ～ 257 nm に吸収の極小を示す．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+0.35 ～ +0.42°(200 mm)．ただし，本品の表示量に従い 1 mL 中「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」1 mg を含む溶液の数値に換算する．

pH〈2.54〉　3.6 ～ 6.0

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$）約 15 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別にツボクラリン塩化物塩酸塩標準品（別途「ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物（$C_{37}H_{41}ClN_2O_6$・HCl・$5H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.1321$

W_S：乾燥物に換算したツボクラリン塩化物塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

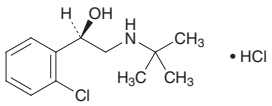
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　密封容器．

ツロブテロール塩酸塩

Tulobuterol Hydrochloride

塩酸ツロブテロール



及び鏡像異性体

$C_{12}H_{18}ClNO$・HCl：264.19

(1*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-2-(1,1-dimethylethyl)aminoethanol monohydrochloride

[*56776-01-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ツロブテロール塩酸塩（$C_{12}H_{18}ClNO$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 163 ℃

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.30 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製し，酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（200：9）の上層を用いて，あらかじめ上端まで展開した後，風乾する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（200：9）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L

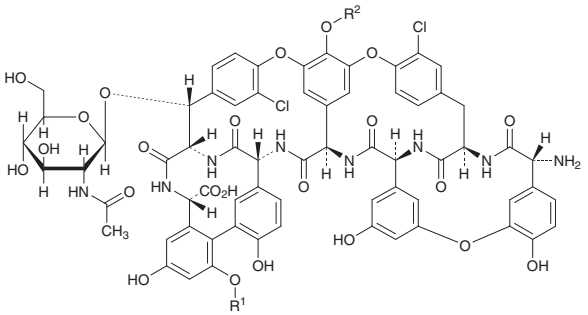
過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

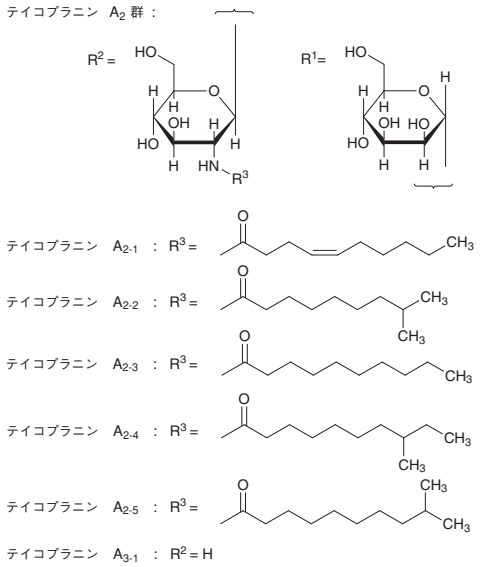
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.42 mg $C_{12}H_{18}ClNO$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

テイコプラニン

Teicoplanin





テイコプラニン　A_{2-1}

$C_{88}H_{95}Cl_2N_9O_{33}$：1877.64

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35S, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-56-[2-(4*Z*)-dec-4-enoylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6, 11, 40, 44-tetrahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50 a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-34-7*]

テイコプラニン　A_{2-2}

$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$: 1879.66

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methylnonanoylamino)-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6, 11, 40, 44-tetrahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-26-7*]

テイコプラニン　A_{2-3}

$C_{88}H_{97}Cl_2N_9O_{33}$: 1879.66

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-56-(2-decanoylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-6, 11, 40, 44-tetrahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-36-9*]

テイコプラニン　A_{2-4}

$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$: 1893.68

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(8-methyldecanoylamino)-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6, 11, 40, 44-tetrahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-37-0*]

テイコプラニン　A_{2-5}

$C_{89}H_{99}Cl_2N_9O_{33}$: 1893.68

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-56-[2-deoxy-2-(9-methyldecanoylamino)-*β*-D-glucopyranosyloxy]-6, 11, 40, 44-tetrahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*91032-38-1*]

テイコプラニン　A_{3-1}

$C_{72}H_{68}Cl_2N_8O_{28}$: 1564.25

(3*S*, 15*R*, 18*R*, 34*R*, 35*S*, 38*S*, 48*R*, 50a*R*)-34-(2-Acetylamino-2-deoxy-*β*-D-glucopyranosyloxy)-15-amino-22, 31-dichloro-6, 11, 40, 44, 56-pentahydroxy-42-(*α*-D-mannopyranosyloxy)-2, 16, 36, 50, 51, 59-hexaoxo-2, 3, 16, 17, 18, 19, 35, 36, 37, 38, 48, 49, 50, 50a-tetradecahydro-1*H*, 15*H*, 34*H*-20, 23 : 30, 33-dietheno-3, 18 : 35, 48-bis(iminomethano)-4, 8 : 10, 14 : 25, 28 : 43, 47-tetrametheno-28*H*-[1, 14, 6, 22]dioxadiazacyclooctacosino[4, 5-*m*][10, 2, 16]-benzoxadiazacyclotetracosine-38-carboxylic acid

[*93616-27-4*]

[*61036-62-2*, テイコプラニン]

本品は，*Actinoplanes teichomyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水，脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物 1 mg当たり900 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，テイコプラニン($C_{72\sim89}H_{68\sim99}Cl_2N_{8\sim9}O_{28\sim33}$)としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール(95)，アセトン，酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にニンヒドリン試液 2 mL を加え，5 分間加温するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 100）1 mL にアントロン試液 2 mL を徐々に加えて穏やかに振り混ぜるとき，液は暗褐色を呈する．

（3）　本品及びテイコプラニン標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとテイコプラニン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.3 ～ 7.7 である．

成分含量比　本品約 20 mg を水に溶かして 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，自動積分法によりテイコプラニン A_2 群のピーク面積の和 S_a テイコプラニン A_3 群のピーク面積の和 S_b 及びその他の成分のピーク面積の和 S_c を測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，テイコプラニン A_2 群は 80.0 % 以上，テイコプラニン A_3 群は 15.0 % 以下，及びその他の成分は 5.0 % 以下である．なお，テイコプラニンの各成分の溶出順及びテイコプラニン A_{2-2} に対する各成分の相対保持時間は次のとおりである．

成分名	溶出順	相対保持時間
テイコプラニン A_3 群		≦0.42
テイコプラニン A_{3-1}	1	0.29
テイコプラニン A_2 群		0.42<，≦1.25
テイコプラニン A_{2-1}	2	0.91
テイコプラニン A_{2-2}	3	1.00
テイコプラニン A_{2-3}	4	1.04
テイコプラニン A_{2-4}	5	1.17
テイコプラニン A_{2-5}	6	1.20
その他の成分		1.25<

テイコプラニンA_2群の量（%）

$= \{S_a / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

テイコプラニンA_3群の量（%）

$= \{0.83S_b / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

その他の成分の量（%）

$= \{S_c / (S_a + 0.83S_b + S_c)\} \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 1650 mL に溶かし，アセトニトリル 300 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 6.0 に調整し，更に水を加えて 2000 mL とする．

移動相 B：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 550 mL に溶かし，アセトニトリル 1400 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を用いて pH 6.0 に調整し，更に水を加えて 2000 mL とする．

移動相の送液：試料注入前 10 分間は移動相 A を送液し，試料注入後は移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ 32	100 → 70	0 → 30
32 ～ 40	70 → 50	30 → 50
40 ～ 42	50 → 100	50 → 0

流量：毎分約 1.8 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテイコプラニン A_{2-2} の保持時間の約 1.7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液から得たテイコプラニン A_{2-2} のピーク高さがフルスケールの約 90 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，テイコプラニン A_{3-1} のピークのシンメトリー係数は 2.2 以下である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，テイコプラニン A_{2-2}

のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状 別に規定する．

（2） 塩化ナトリウム 本品約 0.5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈2.50〉し（指示薬：クロム酸カリウム試液 1 mL），塩化ナトリウムの量を求めるとき，5.0 % 以下である．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.844 mg NaCl

（3） 重金属 別に規定する．

（4） ヒ素 別に規定する．

（5） 残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.1 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドに溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，メタノール及びアセトン約 1 g ずつを精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，自動積分法により試料溶液のメタノールのピーク面積 A_1 及びアセトンのピーク面積 A_2，標準溶液のメタノールのピーク面積 A_{S1} 及びアセトンのピーク面積 A_{S2} を測定し，次式により本品中のメタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ 0.5 % 以下及び 1.0 % 以下である．

メタノールの量（%）

$= W_{S1} \times (A_1 / A_{S1}) \times 0.001 \times (1 / W_{T1}) \times 100$

W_{S1}：メタノールの秤取量（g）

W_{T1}：本品の秤取量（g）

アセトンの量（%）

$= W_{S2} \times (A_2 / A_{S2}) \times 0.001 \times (1 / W_{T2}) \times 100$

W_{S2}：アセトンの秤取量（g）

W_{T2}：本品の秤取量（g）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2 mm，長さ 3 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールエステル化物を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用グラファイトカーボンに 0.1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：70 ℃ 付近の一定温度で注入し，4 分間保った後，210 ℃ になるまで 1 分間に 8 ℃ の割合で昇温する．

検出器温度：240 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約 2 分，アセトンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 4 μL から得たアセトンのピーク高さが，フルスケール付近になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 4 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタノール，アセトンの順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 4 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，アセトンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 15.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.75 EU/mg（力価）未満．

血圧降下物質 別に規定する．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液 テイコプラニン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 160 μg（力価）及び 40 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 160 μg（力価）及び 40 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

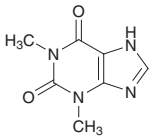
貯 法

保存条件 遮光して，5 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

テオフィリン

Theophylline



$C_7H_8N_4O_2$：180.16

1,3−Dimethyl−1*H*−purine−2,6(3*H*,7*H*)−dione ［58−55−9］

本品を乾燥したものは定量するとき，テオフィリン（$C_7H_8N_4O_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと

本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 271 ～ 275 ℃

純度試験

（1） 酸　本品 0.5 g に水 75 mL，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.0 mL 及びメチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 3 mL に溶かし，メタノール 10 mL を加え，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/クロロホルム/メタノール/1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（3：3：2：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

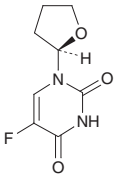
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え，振り混ぜた後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 18.02 mg $C_7H_8N_4O_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

テガフール

Tegafur



及び鏡像異性体

$C_8H_9FN_2O_3$：200.17

5-Fluoro-1-[(2*RS*)-tetrahydrofuran-2-yl]uracil

[*17902-23-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，テガフール（$C_8H_9FN_2O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくい．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をメタノール/アセトン混液（1：1）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき同様の試験を行う．

pH〈*2.54*〉 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

融　点〈*2.60*〉 166 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.2 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.8 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，必要ならばろ過し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，白金るつぼを用い，750 ～ 850 ℃ で強熱して灰化する（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 75 mL に溶かし，1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 25 mL を正確に加える．次に臭化カリウム 1.0 g

及び塩酸 12 mL を速やかに加え，直ちに密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後，ヨウ化カリウム 1.6 g を加え，穏やかに振り混ぜ，正確に 5 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

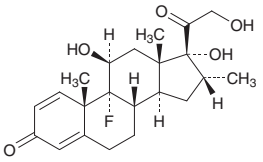
1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1 mL
＝ 10.01 mg $C_8H_9FN_2O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

デキサメタゾン

Dexamethasone

デキサメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione［*50-02-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デキサメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 10 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 1 mg をエタノール（95）10 mL に溶かす．この液 2 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え，振り混ぜた後，60 ℃ の水浴中で 20 分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール（95）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデキサメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したデキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びデキサメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$： ＋86 ～ ＋94°（乾燥後，0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.18 g をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 33 mL をとり，ギ酸アンモニウム 1.32 g を水 1000 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH 3.6 に調整した液を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデキサメタゾン以外のピーク面積は標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のデキサメタゾン以外のピークの合計面積は標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム 1.32 g を水 1000 mL に溶かし，ギ酸を加えて pH 3.6 に調整する．この液 670 mL にアセトニトリル 330 mL を加える．

流量：デキサメタゾンの保持時間が約 13 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデキサメタゾンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たデキサメタゾンのピーク面積が，標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デキサメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.2 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品及びデキサメタゾン標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを薄めたメタノール（1 → 2）70 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するデキサ

メタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

デキサメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：デキサメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（2：1）

流量：デキサメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，デキサメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

デキストラン 40

Dextran 40

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約 40000 である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン 40 98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 3000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（5）　窒素　本品を乾燥し，その約 2 g を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，0.010 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（6）　還元性物質　本品を乾燥し，その 3.00 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その 0.450 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．それぞれの液 5 mL を正確に量り，アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（1 → 40）1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

粘　度〈*2.53*〉

（1）　デキストラン 40　本品を乾燥し，その 0.2 ～ 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.16 ～ 0.19 である．

（2）　高分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 7 ～ 10 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，80 ～ 90 mL）を徐々に加える．次に 35 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1 ℃ で 15 時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.27 以下である．

（3）　低分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 90 ～ 93 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，115 ～ 135 mL）を徐々に加える．次に 25 ℃ で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.09 以上である．

抗原性試験　本品 10.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし，滅菌し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目及び第 3 日目，第 5 日目に試料溶液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内

に注射する．注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

発熱性物質〈*4.04*〉 本品 10.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とした液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

デキストラン 40 の量（mg） = $\alpha_D \times 253.8$

貯 法 容 器 気密容器．

デキストラン 40 注射液

Dextran 40 Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，デキストラン 40 9.5 ～ 10.5 w/v% を含む．

製 法

デキストラン 40	10 g
生 理 食 塩 液	適 量
全 量	100 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，わずかに粘性がある．

確認試験

（1） 本品 1 mL に水を加えて 200 mL とし，この液 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても，液の色は変化しない．

（2） 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 4.5 ～ 7.0

粘 度〈*2.53*〉 本品 2 ～ 5 mL を量り，生理食塩液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び生理食塩液につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.16 ～ 0.19 である．ただし，試料溶液の濃度（g/100 mL）は，定量法を準用して求める．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 30 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈*2.49*〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

本品 100 mL 中のデキストラン 40 の量（mg）

$= \alpha_D \times 846.0$

貯 法

保存条件 温度変化の著しい場所での保存は避ける．

容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

デキストラン 70

Dextran 70

本品は*Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産された多糖類を部分分解したもので，平均分子量は約 70000 である．

本品を乾燥したものは定量するとき，デキストラン 70 98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に徐々に溶解する．

本品は吸湿性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 3000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

pH〈*2.54*〉 本品 3.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（5） 窒素 本品を乾燥し，その約 2 g を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 0.010 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（6） 還元性物質 本品を乾燥し，その 3.00 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にブドウ糖を乾燥し，その 0.300 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 500 mL とし，比較液とする．試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．それぞれの液 5 mL を正確に量り，アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（1 → 40）1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え，0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

粘　度〈2.53〉

（1） デキストラン 70　本品を乾燥し，その 0.2 ～ 0.5 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，極限粘度は 0.21 ～ 0.26 である．

（2） 高分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 7 ～ 10 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，75 ～ 85 mL）を徐々に加える．次に 35 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後，25±1 ℃ で 15 時間以上放置し，傾斜して上澄液を除き，下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.35 以下である．

（3） 低分子分画　本品を乾燥し，その約 6 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，フラスコに移し，25±1 ℃ でかき混ぜながら，これに 90 ～ 93 % の沈殿を得るのに必要な量のメタノール（通例，110 ～ 130 mL）を徐々に加える．次に 25 ℃ で遠心分離し，上澄液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を乾燥し，乾燥物につき，（1）を準用して極限粘度を求めるとき，0.10 以上である．

抗原性試験　本品 6.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし，滅菌し，試料溶液とする．体重 250 ～ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い，第 1 日目及び第 3 日目，第 5 日目に試料溶液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する．別に対照として，同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する．第 15 日目に 2 匹，第 22 日目に残りの 2 匹に，試料溶液を注射したモルモットに対しては試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し，同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する．注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難，虚脱又は致死を観察するとき，試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない．

ただし，馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し，3 匹以上が死亡する．

発熱性物質〈4.04〉 本品 6.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とした液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とした液を試料溶液とする．この試料溶液につき，旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

デキストラン 70 の量（mg）＝ $\alpha_D \times 253.8$

貯　法　容　　器　気密容器.

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 5

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 5

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 5

本品は*Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 50）0.05 mL をトルイジンブルー溶液（1 → 100000）10 mL に滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 1500）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋135.0 ～ ＋155.0°（乾燥物に換算したもの 1.5 g，水，25 mL，100 mm）.

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.5 g を水 50 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.090 以下である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.106 % 以下）.

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.10 g を水 6 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.6 mL を加え，水浴中で 4 分間加熱する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，10 分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水 6 mL を加え，以下同様に操作して製する（0.240 % 以下）.

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

イオウ含量　本品約 1.0 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，塩酸 1.5 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩化バリウム液 20 mL を正確に加え，メタノール 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水 70 mL を加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液（1 → 20）10 mL，塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア水（28）7 mL を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T 試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ（S：32.07）の量は，換算した乾燥物に対し，3.0 ～ 6.0 % である．

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 0.6413 mg S

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

粘　度〈2.53〉 本品の換算した乾燥物約 1.5 g に対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液（29 → 500）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液（29 → 500）につき，25±0.02 ℃ で試験を行うとき，極限粘度は 0.030 ～ 0.040 である．

貯　法　容　　器　気密容器．

デキストラン硫酸エステルナトリウム イオウ 18

Dextran Sulfate Sodium Sulfur 18

デキストラン硫酸ナトリウム　イオウ 18

本品は *Leuconostoc mesenteroides* van Tieghem（*Lactobacillaceae*）によるショ糖の発酵によって生産されたデキストランの部分分解物を硫酸化して得た硫酸エステルのナトリウム塩である．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末で，においはなく，塩味がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（3 → 50）0.05 mL をトルイジンブルー溶液（1 → 100000）10 mL に滴加するとき，液の色は青色から赤紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 1500）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき，液は青緑色を呈し，徐々に暗青緑色に変わる．更に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 又は酢酸（100）1 mL を加えても液の色は変化しない．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+90.0 ～ +110.0°（乾燥物に換算したもの 1.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.106 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.10 g を水 6 mL に溶かし，塩化バリウム試液 0.6 mL を加え，水浴中で 4 分間加熱する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし，10 分間放置した後，観察するとき，比較液の呈する混濁より濃くない．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に水 6 mL を加え，以下同様に操作して製する（0.480 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

イオウ含量　本品約 0.5 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，塩酸 1.5 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩化バリウム液 20 mL を正確に加え，メタノール 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水 70 mL を加え，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム亜鉛四水和物溶液（1 → 20）10 mL，塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア水 (28) 7 mL を加えた後，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T 試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．イオウ（S：32.07）の量は，換算した乾燥物に対し，15.0 ～ 20.0 % である．

0.02 mol/L 塩化バリウム液 1 mL = 0.6413 mg S

乾燥減量〈2.41〉 10.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

粘　度〈2.53〉 本品の換算した乾燥物 1.5 g に対応する量を精密に量り，塩化ナトリウム溶液（29 → 500）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び塩化ナトリウム溶液（29 → 500）につき，25±0.02 ℃ で試験を行うとき，極限粘度は 0.020 ～ 0.032 である．

貯　法　容　　器　気密容器．

デキストリン

Dextrin

性　状　本品は白色～淡黄色の無晶性の粉末又は粒で，わずかに特異なにおいがあり，やや甘味があり，舌上においても刺激がない．

本品は熱湯に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験　本品 0.1 g に水 100 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液 5 mL にヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤褐色又は淡赤紫色を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 2.0 g をネスラー管にとり，水 40 mL を加えて加熱して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とした液は無色～淡黄色で，澄明であるか又は混濁することがあってもその濁度は次の比較液より濃くない．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 1 mL，水 46 mL 及び塩化バリウム試液 2 mL を加えて 10 分間放置し，振り混ぜて用いる．

（2） 酸　本品 1.0 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 80 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L

塩酸 0.30 mL を加える（0.013 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉（3）のろ液 45 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.019 % 以下）．

（5） シュウ酸塩　本品 1.0 g に水 20 mL を加え，加熱してから溶かし，冷後，酢酸（31）1 mL を加えてろ過し，ろ液 5 mL に塩化カルシウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（6） カルシウム（5）のろ液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない．

（7） 重金属〈1.07〉本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 10 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.5 g）．

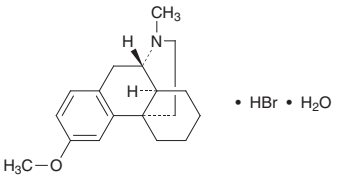
貯 法 容 器 密閉容器．

デキストロメトルファン臭化水素酸塩水和物

Dextromethorphan Hydrobromide Hydrate

臭化水素酸デキストロメトルファン

デキストロメトルファン臭化水素酸塩



$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$：370.32

(9*S*, 13*S*, 14*S*)−3−Methoxy−17−methylmorphinan monohydrobromide monohydrate ［*6700−34−1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デキストロメトルファン臭化水素酸塩（$C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$：352.31）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約 126 ℃（116 ℃ の浴液中に挿入し，1 分間に約 3 ℃ 上昇するように加熱を続ける．）

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）50 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え，赤色を呈するまで，水酸化ナトリウム試液を加える．クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後，水層 40 mL をとり，希硝酸 5 mL を加えた液は，臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：+26 ～ +30°（脱水物に換算したもの 0.34 g，水 20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） ジメチルアニリン　本品 0.50 g に水 20 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*,*N*−ジメチルアニリン 0.10 g に水 400 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて 500 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 200 mL とする．この液 1.0 mL に希酢酸 2 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とする．

（3） 重金属〈1.07〉本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） フェノール性化合物　本品 5 mg に希塩酸 1 滴及び水 1 mL を加えて溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜ，15 分間放置するとき，液は青緑色を呈しない．

（5） 類縁物質　本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸エチル/メタノール/ジクロロメタン/13.5 mol/L アンモニア試液混液（55：20：13：10：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 4.0 ～ 5.5 %（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

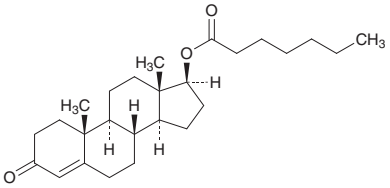
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.23 mg $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$

貯 法 容 器 密閉容器．

テストステロンエナント酸エステル

Testosterone Enanthate

エナント酸テストステロン



$C_{26}H_{40}O_3$：400.59

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl heptanoate ［*315-37-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶若しくは結晶性の粉末又は微黄褐色の粘稠な液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品はエタノール（95），1,4-ジオキサン又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点：約 36 ℃

確認試験　本品 25 mg に水酸化カリウムのメタノール溶液（1 → 100）2 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 1 時間加熱する．冷後，水 10 mL を加え，生じた沈殿を吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 151 ～ 157 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+77 ～ +88°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　酸　本品 0.5 g にブロモチモールブルー試液に対して中性としたエタノール（95）10 mL を加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は淡青色である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）の量（mg）
$= (A / 426) \times 100000$

貯　法

保存条件　遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

テストステロンエナント酸エステル注射液

Testosterone Enanthate Injection

エナント酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するテストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$：400.59）を含む．

製　法　本品は「テストステロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「テストステロンエナント酸エステル」0.05 g に対応する容量をとり，石油エーテル 8 mL を加え，薄めた酢酸（100）（7 → 10）10 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル 10 mL で洗った後，その 0.1 mL に薄めた硫酸（7 → 10）0.5 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱する．冷後，これに塩化鉄（Ⅲ）・酢酸試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のテストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）約 25 mg に対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 25 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品約 25 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，45 分間放置する．これらの液につき，別にクロロホルム 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 380 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

テストステロンエナント酸エステル（$C_{26}H_{40}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.1629$

W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法

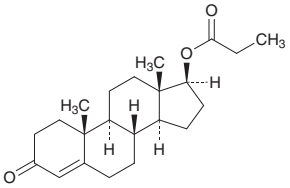
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

テストステロンプロピオン酸エステル

Testosterone Propionate

プロピオン酸テストステロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49

3-Oxoandrost-4-en-17β-yl propanonate　［*57-85-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテストステロンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+83 ～ +90°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　118 ～ 123 ℃

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びテストステロンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロゲステロンのメタノール溶液（9 → 100000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（7：3）

流量：テストステロンプロピオン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，テストステロンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するテストステロンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

テストステロンプロピオン酸エステル注射液

Testosterone Propionate Injection

プロピオン酸テストステロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するテストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$：344.49）を含む．

製　法　本品は「テストステロンプロピオン酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　定量法の項の操作法に従って得た残留物にメタノール 20 mL を正確に加えて溶かした液を試料溶液とする．別にテストステロンプロピオン酸エステル標準品 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，クロロホルム/ジエチルアミン混液

(19：1) を展開溶媒として，約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i） クロマトグラフィー管　内径約 1 cm，長さ約 18 cm のガラス管を用い，下部にはガラスろ過器（G3）を装着する．

（ii） カラム　液体クロマトグラフィー用シリカゲル約 2 g をとり，ジクロロメタン 5 mL を加え，軽く振り混ぜる．これをジクロロメタンを用いてクロマトグラフィー管に洗い込み，液を流出させて充てんし，上部にろ紙を置く．

（iii） 標準溶液　テストステロンプロピオン酸エステル標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とする．

（iv） 試料原液　本品のテストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，ジクロロメタンを加えて，正確に 20 mL とする．

（v） 操作法　試料原液 2 mL を正確に量り，準備したカラムに入れ，シリカゲル面まで液を流出させる．次にジクロロメタン 15 mL でクロマトグラフィー管の壁面を洗いながら，同様にジクロロメタンをシリカゲル面まで流出させた後，流出液は捨てる．ジクロロメタン/メタノール混液 (39：1) 15 mL を流し，最初の流出液 5 mL を除き，次の流出液を集める．流出が終わったクロマトグラフィー管の下部を少量のジクロロメタンで洗い，洗液は流出液と合わせ，減圧下で溶媒を留去する．残留物にメタノールを加えて溶かし，正確に 20 mL とした後，この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，以下「テストステロンプロピオン酸エステル」の定量法を準用する．

テストステロンプロピオン酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

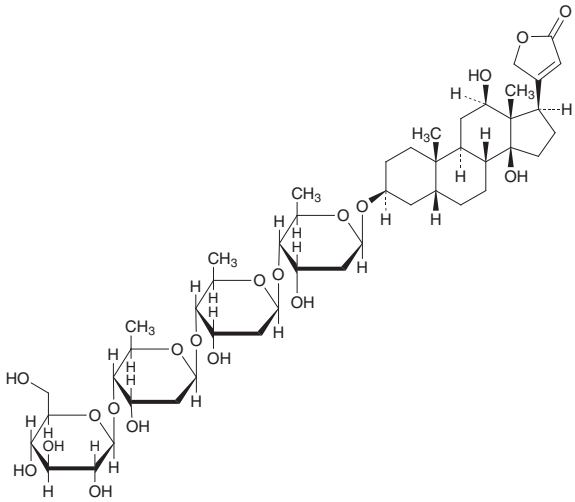
W_S：テストステロンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　「プロゲステロン」のメタノール溶液（9 → 100000）

貯　法　容　　器　密封容器．

デスラノシド

Deslanoside



$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08

3β-[β-D-Glucopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide　[*17598-65-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）90.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は無水ピリジンに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL に溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験

（1） 溶状　本品 20 mg にエタノール（95）10 mL 及び水 3 mL を加え，加温して溶かし，冷後水を加えて 100 mL とした液は，無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 10 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品 1.0 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポ

ットより大きくなく，かつ濃くない．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$_D^{20}$：+6.5 ～ +8.5°（乾燥後，0.5 g，無水ピリジン，25 mL，100 mm）．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品及びデスラノシド標準品を乾燥し，その約 12 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 20 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後，薄めたメタノール（1 → 4）を加えて 25 mL とし，18 ～ 22 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，薄めたメタノール（1 → 5）5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：デスラノシド標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

デスラノシド注射液
Deslanoside Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するデスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$：943.08）を含む．

製 法 本品は「デスラノシド」をとり，10 vol% エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．本品は「グリセリン」を加えることができる．ただし，本品は 10 vol% エタノールの代わりに「エタノール」及び「注射用水」適量を用いて製することができる．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「デスラノシド」2 mg に対応する容量を分液漏斗にとり，この液 1 mL につき塩化ナトリウムを 0.2 g の割合で加え，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，均一に混和する．この液 15 mL をとり，減圧でクロロホルムを留去し，残留物につき，「デスラノシド」の確認試験を準用する．

（2） （1）の残りのクロロホルム抽出液につき，減圧でクロロホルムを留去し，残留物をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にデスラノシド標準品 1 mg をメタノール 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のデスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）約 3 mg に対応する容量を正確に量り，メタノール 5 mL 及び水を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．以下「デスラノシド」の定量法を準用する．

デスラノシド（$C_{47}H_{74}O_{19}$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：デスラノシド標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．

テセロイキン（遺伝子組換え）
Teceleukin (Genetical Recombination)

$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01

[*136279-32-8*]

本品の本質はヒトインターロイキン-2 cDNA の発現により大腸菌で製造される 134 個のアミノ酸からなるたん白質である．

本品は水溶液である．

本品は T-リンパ球活性化作用を有する．

本品は定量するとき，1 mL 中 7.7×10^6 ～ 1.54×10^7 単位を含み，たん白質 1 mg 当たり 7.7×10^6 単位以上を含む．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品適量を正確に量り，1 mL 中に約 200 単位を含むようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．テセロイキン用参照抗インターロイキン-2 抗体をテセロイキン用力価測定用培地で薄め，約 200 中和単位/mL の濃度とし，インターロイキン-2 中和抗体溶液とする．試料原液にインターロイキン-2 中和抗体溶液を正確に等容量加えて振り混ぜた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 1 時間放置し，試料溶液とする．試料原液にテセロイキン用力価測定用培地を正確に等容量加えて振り混ぜた後，同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，定量法により操作し，それぞれの希釈倍数 D_N 及び D_T を求め，次式により中和率を求

めるとき，90 % 以上である．

中和率（%）= $\{(D_T - D_N) / D_T\} \times 100$

ただし，試料溶液について，最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値が標準曲線に対応しない場合は，中和率は下記の範囲として求める．

中和率（%）> $\{(D_T - 2) / D_T\} \times 100$

（2） 本品のたん白質約 50 μg に対応する容量を，2 本の加水分解用試験管にとり，それぞれ減圧で蒸発乾固し，一方を試料（1）とする．もう一方に，室温で 1 時間放置したギ酸/過酸化水素（30）混液（9：1）50 μL を加え，4 時間氷冷した後，水 0.5 mL を加えて減圧で蒸発乾固し，試料（2）とする．メタンスルホン酸 1.3 mL に，水 3.7 mL を加えてよく混和した後，3-(2-アミノエチル）インドール 10 mg を加えて溶かし，4 mol/L メタンスルホン酸溶液とする．クエン酸三ナトリウム二水和物 39.2 g，塩酸 33 mL，チオジグリコール 40 mL 及びラウロマクロゴール溶液（1 → 4）4 mL を水 700 mL に溶かし，pH を 2.2 に調整した後，水を加えて 1000 mL とし，カプリル酸 100 μL を加えて混和し，希釈用クエン酸ナトリウム溶液とする．試料（1）及び試料（2）に，用時製した 4 mol/L メタンスルホン酸溶液 50 μL をそれぞれ加え，−70 ℃ に冷却した後，減圧で脱気する．これらの試験管を減圧で融封した後，115 ±2 ℃ で 24 時間加熱する．冷後，開封し，4 mol/L 水酸化ナトリウム試液 50 μL を加えた後，希釈用クエン酸ナトリウム溶液 0.4 mL を加え，それぞれ試料溶液（1）及び試料溶液（2）とする．別に L-アスパラギン酸，L-トレオニン，L-セリン，L-グルタミン酸，L-プロリン，グリシン，L-アラニン，L-バリン，L-メチオニン，L-イソロイシン，L-ロイシン，L-チロジン，L-フェニルアラニン，L-リジン塩酸塩，塩化アンモニウム，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物及び L-アルギニン塩酸塩をそれぞれ 0.25 mmol に対応する量，並びに L-システン 0.125 mmol に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，アミノ酸標準原液とする．この液 1 mL を正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 25 mL とし，A 液とする．L-トリプトファン約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，B 液とする．A 液及び B 液をそれぞれ 10 mL ずつ正確に量って合わせ，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 50 mL とし，アミノ酸標準溶液とする．別に L-システイン酸約 17 mg を精密に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希釈用クエン酸ナトリウム溶液を加えて正確に 100 mL とし，システイン酸標準溶液とする．試料溶液（1）及び試料溶液（2），アミノ酸標準溶液及びシステイン酸標準溶液 0.25 mL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液（1）から得たクロマトグラムには，構成する 18 種のアミノ酸のピークを認める．また，試料溶液（1）及びアミノ酸標準溶液の各アミノ酸のピーク面積を測定し，試料溶液（1）のアラニンのモル数を 5.0 としてアスパラギン酸，グルタミン酸，プロリン，グリシン，メチオニン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，ヒスチジン，トリプトファン及びアルギニンの濃度を求めて各アミノ酸のモル比を算出する．また，試料溶液（2）及びシステイン酸標準溶液のシステイン酸のピーク面積を測定し，システインの濃度を求め，試料溶液（2）のアラニンのモル数を 5.0 として，システインのモル比を算出する．それぞれの構成するアミノ酸のモル比を求めるとき，アスパラギン酸は 11.4 ～ 12.6，グルタミン酸は 17.1 ～ 18.9，プロリンは 4.5 ～ 5.5，グリシンは 1.8 ～ 2.2，システインは 2.7 ～ 3.3，メチオニンは 4.5 ～ 5.5，ロイシンは 20.9 ～ 23.1，チロジンは 2.7 ～ 3.3，フェニルアラニンは 5.4 ～ 6.6，リジンは 10.5 ～ 11.6，ヒスチジンは 2.7 ～ 3.3，トリプトファンは 0.7 ～ 1.2 及びアルギニンは 3.6 ～ 4.4 である．

試験条件

検出器：可視吸光光度計［測定波長：440 nm（プロリン）及び 570 nm（プロリン以外のアミノ酸）］

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする．

カラム温度：試料注入時は 50 ℃ 付近の一定温度．一定時間後に昇温し，62 ℃ 付近の一定温度

反応槽温度：98 ℃ 付近の一定温度

発色時間：約 2 分

移動相：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C を次の表に従って調製後，それぞれにカプリル酸 0.1 mL を加える．

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	18.70 g	10.50 g	7.10 g
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74 g	14.71 g	26.67 g
塩化ナトリウム	7.07 g	2.92 g	54.35 g
エタノール（99.5）	60 mL	−	−
ベンジルアルコール	−	−	10 mL
チオジグリコール	5 mL	5 mL	−
ラウロマクロゴール溶液（1 → 4）	4 mL	4 mL	4 mL
水	適量	適量	適量
pH	3.2	4.3	4.7
全量	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相及びカラム温度の切り換え：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき，上記の条件で操作するとき，アスパラギン酸，トレオニン，セリン，グルタミン酸，プロリン，グリシン，アラニン，シスチン，バリン，メチオニン，イソロイシン，ロイシン，チロジン，フェニルアラニン，リジン，アンモニア，ヒスチジン，トリプトファン，アルギニンの順に溶出し，シスチンとバリンの分離度が 2.0 以上，アンモニアとヒスチジンの分離度が 1.5 以上になるように，移動相 A，B，C を順次切り換える．また，グルタミン酸とプロリンの分離度が 2.0 以上になるように，一定時間後に昇温する．

反応試薬：酢酸リチウム二水和物 408 g を水に溶かし，酢酸（100）100 mL 及び水を加えて 1000 mL とする．この液にジメチルスルホキシド 1200 mL 及び 2-メトキシエタノール 800 mL を加えて（Ⅰ）液とする．別にジメチルスルホキシド 600 mL 及び 2-メトキシエタノール 400 mL を混和した後，ニンヒドリン 80 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.15 g を加えて（Ⅱ）液とする．（Ⅰ）液 3000 mL に，20 分間窒素を通じた後，（Ⅱ）液 1000 mL を速やかに加え，10 分間窒素を通じ混和する．

移動相流量：毎分約 0.275 mL

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：アミノ酸標準溶液 0.25 mL につき，上記の条件で操作するとき，トレオニンとセリンの分離度は 1.5 以上である．

（3） 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1，3-プロパンジオール 0.242 g，ラウリル硫酸ナトリウム 5.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74 mg を水 60 mL に溶かす．1 mol/L 塩酸試液で pH を 8.0 とした後，水を加えて 100 mL とし，分子量測定用緩衝液とする．本品 20 μL を正確に量り，分子量測定用緩衝液 20 μL 及び 2-メルカプトエタノール 2 μL を正確に加え，水分を蒸発させないようにして 90 ～ 100 ℃ の水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，振り混ぜて試料溶液とする．別にテセロイキン用分子量マーカー 5 μL を正確に量り，水 50 μL，分子量測定用緩衝液 55 μL 及び 2-メルカプトエタノール 5 μL をそれぞれ正確に加え，水分を蒸発させないようにして 90 ～ 100 ℃ の水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，よく振り混ぜて分子量標準溶液とする．試料溶液及び分子量標準溶液 1 μL につき，SDS ポリアクリルアミドゲル電気泳動法により試験を行うとき，主バンドの分子量は 14000 ～ 16000 の範囲である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽，負荷電圧を時間について積算する装置を備え，電流，電圧及び電力の制御を行える直流電源装置．

溶液のスポット：ポリアクリルアミドゲルシートの濃縮ゲル上に，溶液をスポットする．

泳動条件

ポリアクリルアミドゲルシート：幅約 43 mm，長さ約 50 mm，厚さ約 0.5 mm のポリアクリルアミドゲルが密着したポリエステル・シート．ポリアクリルアミドゲルは，ゲル担体濃度 7.5 %，架橋度 3 % の濃縮ゲルと，同様にそれぞれ 20 %，2 % の分離ゲルからなり，ゲル中に pH 6.5 トリス・酢酸緩衝液を含む．

電極用緩衝液：トリシン 35.83 g，2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 24.23 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 5.5 g を水に溶かし，1000 mL とする．

ゲル支持板の冷却温度：15 ℃

通電条件

前泳動時及び本泳動時：電圧，電流及び電力について，それぞれ 250 V，10 mA 及び 3 W を超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

試料添加直後：電圧，電流及び電力について，それぞれ 250 V，1 mA 及び 3 W を超えない範囲．なお，電流及び電力は，ポリアクリルアミドゲルシートの枚数に比例させる．

泳動時間

試料添加前：負荷電圧を時間について積分した値が，60 V·h に達するまで．

試料添加直後：負荷電圧を時間について積分した値が，1 V·h に達するまで．

本泳動：負荷電圧を時間について積分した値が，140 V·h に達するまで．

固定及び染色

無水炭酸ナトリウム 25 g 及びホルムアルデヒド液 0.8 mL を水に溶かし 1000 mL とし，現像液とする．ポリアクリルアミドゲルシートをエタノール（99.5）/水/酢酸（100）混液（5：4：1）に 2 分間浸した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（17：2：1）に 2 分間浸す．液を交換し，更に 4 分間浸した後，水に 2 分間浸してポリアクリルアミドゲルシートを洗い，液を交換し 2 分間浸す．以上の操作は 50 ℃ に加温して行う．次に 40 ℃ に加温しながら，薄めた硝酸銀試液（1 → 7）に 10 ～ 15 分浸した後，30 ℃ に加温してポリアクリルアミドゲルシートを軽く水洗する．30 ℃ に加温しながらポリアクリルアミドゲルシートを用時製した現像液に浸し，適当な発色を得た後，薄めた酢酸（100）（1 → 20）にポリアクリルアミドゲルシートを浸し，発色を停止させる．

分子量の推定

分子量標準溶液から得た各バンドの，濃縮ゲルと分離ゲルの境界からの距離と，各バンドのたん白質の分子量の対数をグラフにプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，分子量を求める．

（4） 本品 3 μL 及びテセロイキン用等電点マーカー 8 μL につき，ポリアクリルアミドゲル等電点電気泳動法により試験を行うとき，泳動位置から求められる等電点は 7.4 ～ 7.9 である．

試験条件

装置：冷却装置を備えた水平型電気泳動槽及び定電力制御を行える直流電源装置．

ポリアクリルアミドゲルの調製：アクリルアミド 1.62 g 及び *N*,*N*′-メチレンビスアクリルアミド 50 mg を水に溶かし，25 mL とする．この液 7.5 mL 及びグリセリン 5 g に水を加えて 10 mL とした液 2 mL 並びに pH 3 ～ 10 用両性担体液 0.64 mL をそれぞれ正確に量り，よくかき混ぜながら減圧下で脱気する．次に用時製したペルオキソ二硫酸アンモニウム溶液（1 → 50）74 μL，*N*,*N*,*N*′,*N*′-テトラメチル

エチレンジアミン 3 μL 及び用時製したリン酸リボフラビンナトリウム溶液（1 → 1000）50 μL をそれぞれ正確に量り，かき混ぜた後，直ちに幅 10 cm，長さ 11 cm，厚さ 0.8 mm のゲル調製板に注ぎ，蛍光灯を照射して 60 分間放置し，ゲル化させる．

スポット

あらかじめ，ゲル調製板に幅 3.5 mm，長さ 3.5 mm，厚さ 0.4 mm のプラスチック製テープを貼り付け，ゲル化後形成されたこの大きさのウェルに，泳動開始から 30 分後に，本品又はテセロイキン用等電点マーカーを加える．

泳動条件

陰極用溶液：水酸化ナトリウム試液

陽極用溶液：DL-アスパラギン酸溶液（133 → 25000）

ゲル支持板の冷却温度：2±1 ℃

通電条件：泳動開始後 20 分間は 10 W，以後 20 W の一定電力，ただし，電圧は 3000 V 以下

泳動時間：120 ～ 140 分間．ただし，泳動槽内に窒素を送風する．

固定及び洗浄

トリクロロ酢酸 28.75 g 及び 5-スルホサリチル酸二水和物 8.65 g をメタノール 75 mL 及び水 175 mL に溶かす．この液にゲルを 60 分間浸し，たん白質をゲルに固定する．固定した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（67：25：8）に 10 分間浸す．

染色及び脱色

クーマシーブリリアントブルー G-250 0.11 g をエタノール（99.5）25 mL に溶かし，酢酸（100）8 mL 及び水を加えて 100 mL とし，染色液とする．用時ろ過した染色液に 60 ℃ に加温しながらゲルを 10 分間浸し，染色した後，水/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（67：25：8）に浸し，脱色する．

等電点の決定

テセロイキン用等電点マーカーから得た各バンドの陰極からの距離と各たん白質の等電点をプロットする．試料溶液から得た主バンドの位置をこのグラフに対応させ，等電点を求める．

pH〈*2.54*〉 2.7 ～ 3.5

純度試験

（1） 大腸菌由来たん白質 本品適量をとり，薄めた酢酸（100）（1 → 350）を正確に加え，1 mL 中にたん白質 0.68 ～ 0.72 mg を含む液とし，試料原液とする．2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール塩酸塩 1.52 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 10.94 g を水に溶かし，200 mL とする．ウシ血清アルブミン 0.5 g をこの液 25 mL に溶かし，2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液とする．試料原液 0.5 mL を正確に量り，炭酸ナトリウム試液 30 μL を正確に加えてかき混ぜた後，直ちに 2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液 0.47 mL を正確に加えて，試料溶液とする．薄めた酢酸（100）（1 → 350）10 mL を正確にとり，炭酸ナトリウム試液 0.6 mL を加え，2 w/v% ウシ血清アルブミン・トリス・塩酸塩緩衝液で正確に 20 mL とし，希釈溶液とする．希釈溶液に大腸菌由来たん白質原液を加え，1 mL 中に大腸菌由来たん白質約 15 ng を含む液とし，標準溶液（1）とする．この液を希釈溶液で順次正確に 2 倍希釈し，大腸菌由来たん白質濃度の異なる標準溶液（2）～（8）とする．ウシ血清アルブミン 0.5 g を pH 7.4 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液 100 mL に溶かし，洗浄溶液とする．試料溶液，標準溶液（1）～（8）及びブランク標準溶液としての希釈溶液 0.1 mL ずつを正確に量り，それぞれ固相化プレートの 3 つのウェル（希釈溶液については 6 つのウェル）に入れ，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 5 ～ 16 時間静置する．次に各ウェルの液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．ペルオキシダーゼ標識抗体原液を 1 w/v% ウシ血清アルブミン・リン酸塩緩衝液・塩化ナトリウム試液で用時薄め，各ウェルに 0.1 mL ずつを正確に加え，プラスチックフィルムで覆い，水平方向に揺り動かして混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で 16 ～ 24 時間静置する．次にウェル中の液を吸引除去し，洗浄溶液 0.25 mL を加え，水平方向に揺り動かして混ぜた後，液を吸引除去する．各ウェルは洗浄溶液 0.25 mL ずつを用いて，更にこの操作を 2 回行う．各ウェルにテセロイキン用発色液 0.1 mL を正確に加えて，穏やかにかき混ぜた後，25 ℃ 付近の一定温度で遮光して 30 分間静置する．次に各ウェルに薄めた硫酸（3 → 50）0.1 mL を正確に加えて水平方向に揺り動かして混ぜる．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 450 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに波長 510 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する．横軸に，大腸菌由来たん白質の濃度（ng/mL）を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，各標準溶液から得た値（$A_{S2} - A_{S1}$）をプロットし，標準曲線を作成する．試料溶液から得た値（$A_{T2} - A_{T1}$）を標準曲線に対応させて，試料溶液中の大腸菌由来たん白質濃度 A を求め，平均し，次式により本品中のたん白質 1 mg 当たりの大腸菌由来たん白質の量を求めるとき，大腸菌由来たん白質は 5 ng 以下である．

たん白質 1 mg 当たりの大腸菌由来たん白質の量（ng）

$= A / C$

C：試料溶液中のたん白質濃度（mg/mL）

なお，希釈溶液から得た吸光度につき，次式から求めた吸光度を標準曲線に対応させて求めた大腸菌由来たん白質濃度が 0.3 ng/mL 以下のとき，試験を有効とする．

検出限界における吸光度

$$= \overline{X} + 3.3 \times \sqrt{\left\{\sum_{i=1}^{6} (X_i - \overline{X})^2\right\} / (6 - 1)}$$

X_i：希釈溶液から得た個々の吸光度

$\overline{X}$：希釈溶液から得た吸光度の平均値

6：マイクロプレート中の希釈溶液を入れたウェル数

（2）テトラサイクリン塩酸塩 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341 をテセロイキン用試験菌移植培地斜面に，2 回

連続して 35 ～ 37 ℃ で継代培養したものを，滅菌精製水を加えて 100 倍に薄め，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃以下に保存し，5 日以内に使用する．試験菌液に滅菌精製水を加えて段階的に希釈し，その適量をテセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加えて予備試験を行い，テトラサイクリン塩酸塩を 1 mL 中に 0.5 μg（力価）含む標準溶液に対し阻止円を示す量を定めておき，この量を，一度溶かして 45 ～ 50 ℃ に冷却したテセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加えて混合する．この液 25 mL を，135 × 95 mm の角形ペトリ皿に分注し，水平に広げて固化する．このカンテン培地に，直径 6 mm のウェルを適当数作り，試験用平板とする．テセロイキン用普通カンテン培地 100 mL に加える試験菌液の量は，0.25 ～ 1.0 mL とする．テトラサイクリン塩酸塩標準品適量を正確に量り，水で正確に薄め，1 mg（力価）/mL の濃度の明らかな液を作る．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，4，2，1 及び 0.5 μg（力価）/mL の濃度の標準溶液とする．別に本品を，必要なら薄めた酢酸（100）（3 → 1000）で希釈，又は減圧濃縮し，たん白質濃度 0.8 ～ 1.2 mg/mL とし，試料溶液とする．試料溶液及び各標準溶液 25 μL ずつを正確に量り，同一の試験用平板のウェルにそれぞれ加える．3 枚以上の試験用平板について同様に操作する．各試験用平板を室温で 30 ～ 60 分間放置した後，35 ～ 37 ℃ で 16 ～ 18 時間培養し，各阻止円の直径を 0.25 mm まで測定する．それぞれの液について，試験用平板間の平均値を求める．

横軸に各標準溶液の濃度を対数目盛でとり，縦軸に阻止円の直径をとったグラフにプロットし，標準曲線を作成する．本品の阻止円の直径を標準曲線に対応させて，本品中のテトラサイクリン塩酸塩の濃度 A を求める．次式により本品中のたん白質 1 mg 当たりのテトラサイクリン塩酸塩の量を求めるとき，0.7 μg（力価）以下である．ただし，阻止円を認めないか，認めてもその直径が 0.5 μg（力価）/mL の標準溶液のものより小さい場合，A を 0.5 μg（力価）/mL 以下とする．

たん白質 1 mg 当たりのテトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$）の量［μg（力価）］
$= A / P$

P：試料溶液のたん白質濃度（mg/mL）

（3） デスメチオニル体　本品適量に水を加え，たん白質濃度約 0.17 mg/mL とし，試料溶液とする．この液 1.2 mL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積 A_2 及びテセロイキンに対する相対保持時間約 0.8 のデスメチオニル体のピーク面積 A_1 を自動積分法により測定し，次式によりデスメチオニル体の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

デスメチオニル体の量（%）$= \{A_1 / (A_1 + A_2)\} \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 7.5 mm，長さ 7.5 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用ジエチルアミノエチル基を結合した合成高分子を充てんし，そのカラム 2 本を直列に接続する．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：ジエタノールアミン 0.658 g を水 400 mL に混和し，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH 9.0 に調整した後，水を加えて 500 mL とする．

移動相 B：pH 6 ～ 9 用両性担体液　2.6 mL 及び pH 8 ～ 10.5 用両性担体液　0.5 mL に水 300 mL を加えた後，薄めた塩酸（9 → 100）を加えて pH 7 に調整した後，水を加えて 400 mL とする．

移動相の切換え及び試料注入方法：移動相 A を送液しながら試料溶液を注入する．試料溶液は 0.11 mL ずつ 10 回繰り返し注入し，更に，100 μL を 1 回注入する．全量注入後，60 分間移動相 A を送液した後，移動相 B を送液する．試料溶液を測定した後，カラムの後処理及び洗浄のために，1 mol/L 塩化ナトリウム試液を 10 分間送液した後，移動相 A を送液しながら水酸化ナトリウム試液 100 μL を注入し，55 分間後に次の試料溶液の注入を開始する．

流量：テセロイキンの保持時間が 45 ～ 65 分になるように，移動相 B の流量を調整する．ただし，保持時間は，移動相 B に切換えた時点から測定する．

システム適合性

システムの性能：ウマ心臓由来で等電点が 6.76 及び 7.16 の 2 種ミオグロビンの混合物を水に溶かし，約 0.5 mg/mL の濃度とする．この液 50 μL，本品 50 μL 及び水 1.47 mL を混和する．この液 1.2 mL につき，上記の条件で操作するとき，ミオグロビン，テセロイキンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離する．

（4） 二量体　本品 20 μL に 0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム試液 20 μL を加えて試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．テセロイキンのピーク面積 A_2 及びテセロイキンに対する相対保持時間 0.8 ～ 0.9 の二量体のピーク面積 A_1 を自動積分法により測定し，次式により二量体の量を求めるとき，1.0 % 以下である．

二量体の量（%）$= \{A_1 / (A_1 + A_2)\} \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 7.5 mm，長さ 60 cm のステンレス管に粒径 10 μm の液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸ナトリウム緩衝液に溶かし，1000 mL とする．

流量：テセロイキンの保持時間が 30 ～ 40 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：炭酸脱水酵素 5 mg 及び α−ラクトアルブミン 5 mg を水 100 mL に溶かした液 20 μL に，0.2 % ラウリル硫酸ナトリウム試液 20 μL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作

するとき，炭酸脱水酵素，α−ラクトアルブミンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とした液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，テセロイキンのピーク面積の相対標準偏差は 7 % 以下である．

（5）その他の異種たん白質　本品 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，テセロイキン及び溶媒のピーク以外のピークの合計量は，1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：トリフルオロ酢酸の水/アセトニトリル混液（19：1）溶液（1 → 1000）

移動相 B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル溶液（7 → 10000）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合液を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 12	60 → 50	40 → 50
12 ～ 25	50	50
25 ～ 45	50 → 0	50 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：1.0 mL/分

面積測定範囲：テセロイキンの保持時間の約 1.2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品 83.6 μL に水 3.8 μL 及びポリソルベート 80 溶液（1 → 100）16.6 μL を加え，1 時間以上静置する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，テセロイキンのピークに対する相対保持時間約 0.98 のピークとテセロイキンのピークは完全に分離する．

（6）酢酸　本品 0.25 mL を正確に量り，内標準溶液 0.25 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に酢酸（100）3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め，次式により本品 1 mL 中の酢酸（$C_2H_4O_2$）の量を求めるとき，2.85 ～ 3.15 mg である．

本品 1 mL 中の酢酸（$C_2H_4O_2$）の量（mg）

$= (Q_T / Q_S) \times 1.5 \times 1.049 \times 2$

1.5：標準溶液の酢酸（100）濃度（μL/mL）

1.049：25 ℃ における酢酸（100）の密度（mg/μL）

2：希釈倍率

内標準溶液　薄めたプロピオン酸（1 → 500）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 1.2 mm，長さ 40 m のガラス管の内面に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを化学結合させて被覆し，厚さ 1.0 μm としたもの．

カラム温度：110 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：酢酸の保持時間が約 8 分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 5 % 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉　たん白質 1 mg 当たり 5 EU 未満．

比 活 性　本品適量を正確に量り，1 mL 中に約 0.1 mg を含むように正確に水を加え，試料溶液とする．別に定量用ヒト血清アルブミン約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，水で正確に薄め，0.05，0.10 及び 0.15 mg/mL の濃度の標準溶液とする．試料溶液，各標準溶液及び水それぞれ 1 mL ずつを正確に量り，アルカリ性銅溶液 2.5 mL を加えて振り混ぜ，10 分以上放置して溶かし，水 2.5 mL 及び薄めたフォリン試液（1 → 2）0.5 mL を正確に加え，直ちに激しく振り混ぜ，37 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 750 nm における吸光度を測定する．標準溶液の濃度を x，吸光度を y とし，それぞれの逆数を用いて直線回帰を行い，本品のたん白質量を求める．

定量法により求めた力価とたん白質量の比を求める．

定 量 法　本品適量を正確に量り，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度（推定値）とし，試料溶液とする．別にインターロイキン−2 標準品に滅菌精製水 1 mL を正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地を加えて正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度とし，標準溶液とする．テセロイキン用力価測定用培地を，マイクロプレートの 8 個のウェルを除く全ウェルに正確に 50 μL ずつ加える．試料溶液及び標準溶液を正確に 50 μL ずつ，それぞれについてテセロイキン用力価測定用培地を入れた 2 個のウェルに加える．それら 4 個のウェルから正確に 50 μL ずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな 4 個のウェルに加える．更に，それら 4 個のウェ

ルから正確に 50 μL ずつを量り，テセロイキン用力価測定用培地を入れた新たな 4 個のウェルに加える操作を繰り返し，試料溶液及び標準溶液のそれぞれ 1/2，1/4，1/8，1/16，1/32，1/64，1/128 及び 1/256 の希釈液を 2 ウェルずつ作る．空の 8 個のウェルに標準溶液 50 μL ずつを加え，最大取込み対照液とする．テセロイキン用力価測定用培地のみを加えたウェル 8 個を最小取込み対照液とする．テセロイキン用細胞懸濁液をマイクロプレートの全ウェルに正確に 50 μL ずつを加えた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 15 ～ 17 時間放置する．MTT 試液をマイクロプレートの全ウェルに正確に 25 μL ずつ加えた後，二酸化炭素 5 % を含む空気を充てんした培養器中で，37 ℃ で 4 時間放置する．マイクロプレートの各ウェルの培養液を，それぞれ空のマイクロプレートに移す．培養液を除去して空になったマイクロプレートの各ウェルに，塩酸・2-プロパノール試液 100 μL ずつを加え，マイクロプレートを 5 分間水平方向に揺り動かして混ぜ，色素を溶出させる．移しかえた培養液を元の各ウェルに戻した後，各ウェルの液について，波長 560 nm における吸光度と波長 690 nm における吸光度の差を測定し，それぞれ同一の溶液 2 ウェル（試料溶液及び標準溶液の希釈液）又は 8 ウェル（最大取込み対照液及び最小取込み対照液）の平均値を求める．横軸に試料溶液のマイクロプレート上での希釈倍数を対数目盛でとり，縦軸に吸光度をとったグラフに，試料溶液の各希釈液から得た値をプロットし，標準曲線を作成する．最大取込み対照液の吸光度と最小取込み対照液の吸光度の平均値を求め，この値を標準曲線に対応させて，その希釈倍数 D_T を求める．標準溶液の希釈液についても同様のプロットを行い，希釈倍数 D_S を求め，次式により，1 mL 中の力価を求める．

本品 1 mL 中のテセロイキンの力価（単位）

$$= S \times (D_T / D_S) \times d$$

S：標準溶液の濃度（単位/mL）
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数

貯　法

保存条件　－70 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

注射用テセロイキン（遺伝子組換え）

Teceleukin for Injection（Genetical Recombination）

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 70.0 ～ 150.0 % に対応するテセロイキン（遺伝子組換え）（$C_{698}H_{1127}N_{179}O_{204}S_8$：15547.01）を含む．

製　法　本品は「テセロイキン（遺伝子組換え）」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品 1 個の内容物を滅菌精製水 1 mL に溶かし，表示量に従い 1 mL 中に「テセロイキン（遺伝子組換え）」約 200 単位を含む液となるようにテセロイキン用力価測定用培地を正確に加え，試料原液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（1）を準用する．

（2）　2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.242 g，ラウリル硫酸ナトリウム 5.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.074 g を水 60 mL に溶かす．1 mol/L 塩酸試液で pH を 8.0 とした後，水を加えて 100 mL とし，分子量測定用緩衝液とする．本品 1 個の内容物を水 1 mL で正確に溶かし，その 100 μL を正確に量り，分子量測定用緩衝液 100 μL 及び 2-メルカプトエタノール 10 μL を正確に加え，水分を蒸発させないようにして水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）1 μL を正確に加え，試料溶液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の確認試験（3）を準用して試験するとき，分子量 14000 ～ 16000 の範囲にバンドを認める．

pH〈2.54〉　本品 1 個の内容物を水 1 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 7.7 である．

純度試験　溶状　本品 1 個の内容物を水 1 mL に溶かした液は，無色澄明である．

乾燥減量　生物学的製剤基準　一般試験法　含湿度測定法により試験を行うとき，含湿度は 3 % 以下である．ただし，相対湿度 10 % 以下の空気中で検体をはかりびんに入れる．

エンドトキシン〈4.01〉　5 EU/35 万単位未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，$|M - A| = 0$ とする．

不溶性異物〈6.06〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 1 個の内容物に滅菌精製水 1 mL を正確に加えて溶かし，細胞の感度に応じてテセロイキン用力価測定用培地で正確に薄め，10 ～ 50 単位/mL の一定濃度（推定値）として試料溶液とする．以下「テセロイキン（遺伝子組換え）」の定量法を準用する．ただし，本品 1 個中のテセロイキンの含量（単位）は次式により求める．

1 個中のテセロイキンの量（単位）

$$= S \times (D_T / D_S) \times d \times 1$$

S：標準溶液の濃度（単位/mL）
d：試料溶液を調製したときの希釈倍数
1：試料溶液の液量（mL）

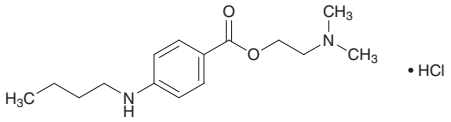
貯　法

保存条件　遮光して凍結を避けて，10 ℃ 以下で保存する．
容　　器　密封容器．

テトラカイン塩酸塩

Tetracaine Hydrochloride

塩酸テトラカイン



$C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl：300.82

2-(Dimethylamino)ethyl 4-(butylamino)benzoate monohydrochloride ［*136-47-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，テトラカイン塩酸塩（$C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦く，舌を麻ひする．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

融点：約 148 ℃

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かし，アンモニア試液 5 mL を加えて振り混ぜた後，冷所に放置後，析出した結晶をろ取し，ろ液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 42 ～ 44 ℃ である．

（2）　本品 0.1 g を水 8 mL に溶かし，チオシアン酸アンモニウム試液 3 mL を加えるとき，結晶性の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水から再結晶し，80 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 130 ～ 132 ℃ である．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 80 mL を加え，30 ℃ の水浴中で 15 分間放置し，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

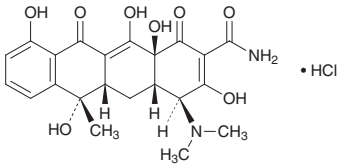
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.08 mg $C_{15}H_{24}N_2O_2$・HCl

貯 法 容　器　気密容器．

テトラサイクリン塩酸塩

Tetracycline Hydrochloride

塩酸テトラサイクリン



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl：480.90

(4*S*, 4a*S*, 5a*S*, 6*S*, 12a*S*)-4-Dimethylamino-3, 6, 10, 12, 12a-pentahydroxy-6-methyl-1, 11-dioxo-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*64-75-5*］

本品は，*Streptomyces aureofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，テトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は，黄色～帯微褐黄色の結晶性の粉末である．

本品は，水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.8 ～ 2.8 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 25 mg をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のテトラサイクリン以外

の各々のピーク面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積より大きくない．またテトラサイクリン以外の各々のピークの合計面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテトラサイクリンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たテトラサイクリンのピーク面積が，標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の 1 ～ 5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1.0 g）．

定 量 法 本品及びテトラサイクリン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

テトラサイクリン塩酸塩（$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：テトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体（孔径 0.01 μm）を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム 2.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.4 g を水 300 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 9.0 に調整する．この液に *t*-ブチルアルコール 90.0 g を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：テトラサイクリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：テトラサイクリン塩酸塩標準品 0.05 g をとり，水に溶かして 25 mL とする．この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち，水を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-エピテトラサイクリンの保持時間は約 3 分であり，4-エピテトラサイクリン，テトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

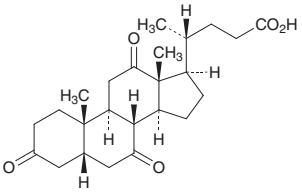
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

デヒドロコール酸

Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid ［*81-23-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．これに水 5 mL を加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2） 本品 0.02 g にエタノール（95）1 mL を加えて振り混ぜ，これに 1,3-ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋29 ～ ＋32°（乾燥後，0.2g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 233 ～ 242 ℃

純度試験

（1） におい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においはない．

（2） 溶状 本品を乳鉢で粉末とし，その 0.10 g をエタノール（95）30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 （3）の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） バリウム （1）の液に塩酸 2 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL となるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

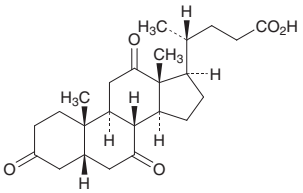
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯 法 容 器 密閉容器．

精製デヒドロコール酸

Purified Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$：402.52

3,7,12-Trioxo-5β-cholan-24-oic acid ［*81-23-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，デヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 mg に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし，5 分間放置する．これに水 5 mL を加えるとき，液は黄色を呈し，青緑色の蛍光を発する．

（2） 本品 0.02 g にエタノール（95）1 mL を加えて振り混ぜ，これに 1,3-ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）0.5 mL を加えて放置するとき，液は紫色～赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋29 ～ ＋32°（乾燥後，0.2g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 237 ～ 242 ℃

純度試験

（1） におい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え，2 分間煮沸するとき，においはない．

（2） 溶状 本品を乳鉢で粉末とし，その 0.10 g をエタノール（95）30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき，液は無色澄明である．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 （3）の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え，水浴中で 6 分間加熱し，冷後，ろ過し，澄明なろ液を得る．残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） バリウム （1）の液に塩酸 2 mL を加え，2 分間煮沸し，冷後，ろ過し，ろ液が 100 mL となるまで水で洗う．この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯 法 容 器 密閉容器．

デヒドロコール酸注射液

Dehydrocholic Acid Injection

デヒドロコール酸ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するデヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$：402.52）を含む．

製 法 本品は「精製デヒドロコール酸」をとり，「水酸化ナトリウム」の溶液を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，味は苦い．

pH：9 ～ 11

確認試験 本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」0.1 g に対応する容量を分液漏斗にとり，水 10 mL 及び希塩

酸 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．これをクロロホルム 15 mL ずつで 3 回抽出し，全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物を 105 ℃で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 235 ～ 242 ℃である．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品の表示量に従い「精製デヒドロコール酸」1.0 g に対応する容量をとり，水浴上で，ほとんど蒸発乾固し，残留物につき，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.30 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のデヒドロコール酸（$C_{24}H_{34}O_5$）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，必要ならば水を加えて 25 mL とし，塩酸 2 mL を加え，クロロホルム 25 mL，20 mL 及び 15 mL で抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，洗液が酸性を呈しなくなるまで冷水で洗い，水浴上でクロロホルムを留去し，残留物に中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯 法

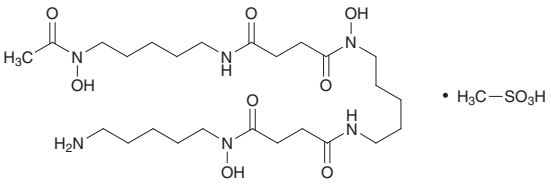
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

デフェロキサミンメシル酸塩

Deferoxamine Mesilate

メシル酸デフェロキサミン



$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$：656.79

N-[5-(Acetylhydroxyamino)pentyl]-*N*′-(5-{3-[(5-aminopentyl)hydroxycarbamoyl]propanoylamino}pentyl)-*N*′-hydroxysuccinamide monomethanesulfonate ［*138-14-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，デフェロキサミンメシル酸塩（$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5），2-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 147 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2） 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え，小さい炎で融解するまで加熱し，更に 2 ～ 3 秒間加熱する．これに水 0.5 mL を加えた後，希塩酸を加えて酸性とし，加温するとき，発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデフェロキサミンメシル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL を加える（0.032 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.040 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデフェロキサミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 1.32 g，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.37 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.08 g を水 950 mL に溶かす．この液にリン酸を加えて pH を 2.8 に調整した液 800 mL をとり，2-プロパノール 100 mL を加える．

流量：デフェロキサミンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデフェロキサミンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たデフェロキサミンのピーク面積が，標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積の 1.5 ～ 2.5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 16 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 4 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，デフェロキサミン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デフェロキサミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びデフェロキサミンメシル酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 60 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 20 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸試液 10 mL を正確に加え，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.2 mL を正確に加え，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，塩化鉄（Ⅲ）試液 0.2 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 430 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

デフェロキサミンメシル酸塩（$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

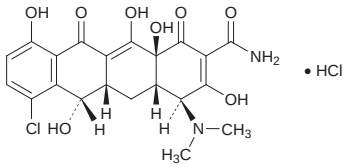
W_S：脱水物に換算したデフェロキサミンメシル酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩

Demethylchlortetracycline Hydrochloride

塩酸デメチルクロルテトラサイクリン



$C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$：501.31

(4*S*, 4a*S*, 5a*S*, 6*S*, 12a*S*)-7-Chloro-4-dimethylamino-3, 6, 10, 12, 12a-pentahydroxy-1, 11-dioxo-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a-octahydrotetracene-2-carboxamide monohydrochloride ［*64-73-3*］

本品は，*Streptomyces aureofaciens* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するテトラサイクリン系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩（$C_{21}H_{21}ClN_2O_8 \cdot HCl$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 40 mg を水 250 mL に溶かす．この液 10 mL に水 85 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 （1 → 5）5 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－248 ～ －263°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，0.1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 2.0 ～ 3.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 25 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 1.2 倍より大きくない．また試料溶液のデメチルクロルテトラサイクリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルクロルテトラサイクリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，0.01

mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，この液 20 μL から得たデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びデメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のデメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩
($C_{21}H_{21}ClN_2O_8$・HCl) の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：デメチルクロルテトラサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.1 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g，硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.4 g を水 300 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8.5 に調整する．この液に *t*-ブチルアルコール 75.0 g を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：デメチルクロルテトラサイクリンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 mL を水浴上で 60 分間加温し，この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-エピデメチルクロルテトラサイクリン，デメチルクロルテトラサイクリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．なお，4-エピデメチルクロルテトラサイクリンのデメチルクロルテトラサイクリンに対する相対保持時間は約 0.7 である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デメチルクロルテトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

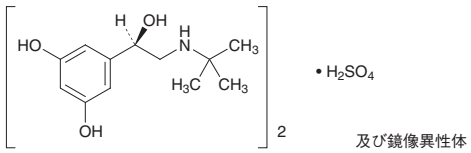
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

テルブタリン硫酸塩

Terbutaline Sulfate

硫酸テルブタリン



$(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：548.65

5-[(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethylamino)-1-hydroxyethyl]benzene-1,3-diol hemisulfate

[*23031-32-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，テルブタリン硫酸塩〔$(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯褐白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに酢酸臭がある．

本品は水に溶けやすく，アセトニトリル，エタノール (95)，酢酸（100），クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光又は空気によって徐々に着色する．

融点：約 255 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 1 mg を水 1 mL に溶かし，pH 9.5 のトリス緩衝液 5 mL，4-アミノアンチピリン溶液（1 → 50）0.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム溶液（2 → 25）2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．極大は二つに分かれることがある．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 4.8 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.004 % 以下）．

（3） 酢酸 本品 0.50 g をとり，リン酸溶液（59 → 1000）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸（100）1.50 g をとり，リン酸溶液（59 → 1000）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，リン酸溶液（59 → 1000）を加え，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にと

り，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の酢酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 6000 を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用テレフタル酸に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：酢酸の保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：酢酸（100）及びプロピオン酸各々 0.05 g をリン酸溶液（59 → 1000）100 mL に加えて混和する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，酢酸，プロピオン酸の順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（4） 3,5-ジヒドロキシ-*ω*-*tert*-ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩　本品 0.50 g をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 330 nm における吸光度は 0.47 以下である．

（5） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈2.48〉　0.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，アセトニトリル/酢酸（100）混液（1：1）50 mL を加え，かき混ぜながら加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法．ただし，内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える）．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 54.87 mg $(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

テレビン油

Turpentine Oil

OLEUM TEREBINTHINAE

本品は *pinus* 属諸種植物（*Pinaceae*）の材又はバルサムを水蒸気蒸留して得た精油である．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は苦く刺激性である．

本品 1 mL はエタノール（95）5 mL に混和し，その液は中性である．

屈 折 率〈2.45〉　n_D^{20}：1.465 ～ 1.478

比　重〈1.13〉　d_{20}^{20}：0.860 ～ 0.875

純度試験

（1） 異物　本品は悪臭がない．また，本品 5 mL に水酸化カリウム溶液（1 → 6）5 mL を加えて振り混ぜるとき，水層は黄褐色～暗褐色を呈しない．

（2） 塩酸呈色物　本品 5 mL に塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，塩酸層は淡黄色を呈し，褐色を呈しない．

（3） 鉱油　本品 5.0 mL をカシアフラスコにとり，15 ℃以下に冷却し，振り混ぜながら発煙硫酸 25 mL を徐々に加え，更に 60 ～ 65 ℃ で 10 分間加温した後，目盛りまで硫酸を加えるとき，0.1 mL 以上の油分を析出しない．

蒸留試験〈2.57〉　150 ～ 170 ℃，90 vol% 以上．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥痘そうワクチン

Freeze-dried Smallpox Vaccine

乾燥痘苗

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥痘そうワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，白色～灰色の懸濁した液となる．

乾燥細胞培養痘そうワクチン

Freeze-dried Smallpox Vaccine Prepared in Cell Culture

本品は用時溶解して用いる注射剤で，生ワクチニアウイルスを含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥細胞培養痘そうワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，帯赤色の澄明な液となる．

トウモロコシデンプン

Corn Starch

AMYLUM MAYDIS

トウモロコシ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は成熟したトウモロコシ *Zea mays* Linné（*Gramineae*）の種子から得たでんぷんである．

◆**性　状**　本品は白色～微黄白色の塊又は粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品は，水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，通例，直径 2 ～ 23 μm の不規則な多面角の粒又は 25 ～ 35 μm の不規則な円形又は球形の粒を認める．へそは，明瞭な空洞又は 2 ～ 5 つの放射状の裂け目となり，同心性の筋はない．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2）　本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3）（2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 → 10）0.05 mL を加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈*2.54*〉　本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜて懸濁し，15 分間放置した液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

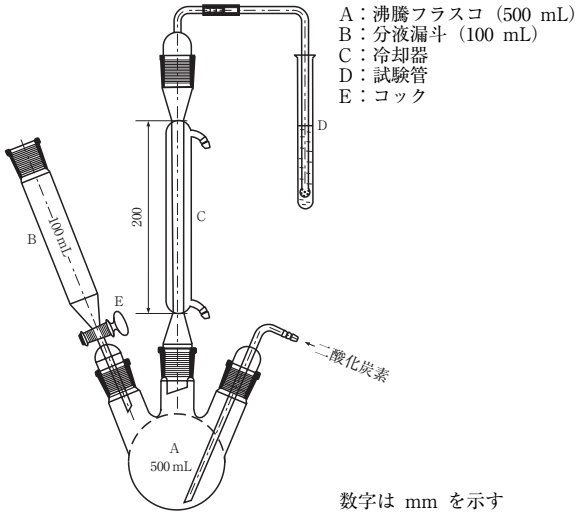
純度試験

（1）　鉄　本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2）　酸化性物質　本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間放置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3）　二酸化イオウ

（i）　装置　図に示すものを用いる．



（ii）　操作法　水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

二酸化イオウの量（ppm）＝（V / W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）

V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

乾燥減量〈*2.41*〉　15.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.6 % 以下（1 g）．

◆**貯　法　容　器**　密閉容器．◆

トウモロコシ油

Corn Oil

OLEUM MAYDIS

本品はトウモロコシ *Zea mays* Linné（*Gramineae*）の胚芽から得た脂肪油である．

性　状　本品は淡黄色澄明の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は −7 ℃ で軟膏ように凝固する．

比重　d^{25}_{25}：0.915 ～ 0.921

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉　187 ～ 195

不けん化物〈*1.13*〉　1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　103 ～ 130

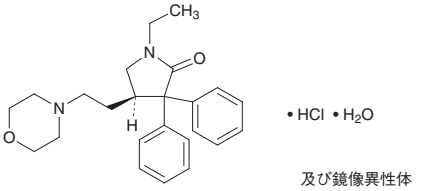
貯　法　容　　器　気密容器．

ドキサプラム塩酸塩水和物

Doxapram Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキサプラム

ドキサプラム塩酸塩



$C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl・H_2O：432.98

(4*RS*)−1−Ethyl−4−[2−(morpholin−4−yl)ethyl]−3, 3−diphenylpyrrolidin−2−one monohydrochloride monohydrate

［*7081−53−0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ドキサプラム塩酸塩（$C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl：414.97）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，水，エタノール（95）又は無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

融　点〈*2.60*〉　218 ～ 222 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.024 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 6 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ギ酸/ギ酸エチル/メタノール混液（8：3：3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　3.5 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.8 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.50 mg $C_{24}H_{30}N_2O_2$・HCl

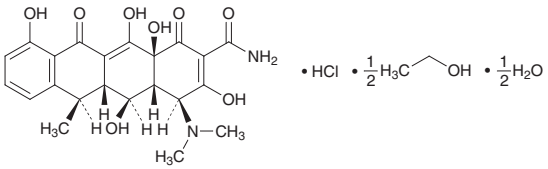
貯　法　容　　器　気密容器．

ドキシサイクリン塩酸塩水和物

Doxycycline Hydrochloride Hydrate

塩酸ドキシサイクリン

ドキシサイクリン塩酸塩



$C_{22}H_{24}N_2O_8$・HCl・$\frac{1}{2}C_2H_6O$・$\frac{1}{2}H_2O$：512.94

(4*S*, 4a*R*, 5*S*, 5a*R*, 6*R*, 12a*S*)−4−Dimethylamino−3, 5, 10, 12, 12a−pentahydroxy−6−methyl−1, 11−dioxo−1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a−octahydrotetracene−2−carboxamide monohydrochloride hemiethanolate hemihydrate

［*564−25−0*，ドキシサイクリン］

本品は，オキシテトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物 1 mg 当たり 880 ～ 943 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ドキシサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_8$：444.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキシサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 10 mg を水 10 mL に溶かし，硝酸銀試液を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（349 nm）：285 ～ 315（10 mg，0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液，500 mL）．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：－105 ～ －120°（脱水及び脱エタノール物に換算したもの 0.25 g，0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液，25 mL，100 mm）．ただし，試料溶液を調製した後，5 分以内に測定する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 5.0 mL を加える(50 ppm 以下)．

（2） 類縁物質 本品 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に塩酸 6-エピドキシサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸 6-エピドキシサイクリン原液とする．別に塩酸メタサイクリン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 25 mL とし，塩酸メタサイクリン原液とする．塩酸 6-エピドキシサイクリン原液及び塩酸メタサイクリン原液 2 mL ずつを正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメタサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンのピーク面積は，標準溶液のそれぞれのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の溶媒ピークとメタサイクリンのピークの間にあるピーク及びドキシサイクリンのピークの後にあるピークのピーク面積は，それぞれ標準溶液の 6-エピドキシサイクリンのピーク面積の 1/4 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 8 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 125 mL 及び 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 117 mL をとり，水を加えて 500 mL とする．この液 400 mL に硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液（1 → 100）50 mL，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1 → 25）10 mL，*t*-ブチルアルコール 60 g 及び水 200 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8.0 に調整し，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約 19 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からドキシサイクリンの保持時間の約 2.4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得た 6-エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積が，それぞれ標準溶液の 6-エピドキシサイクリン及びメタサイクリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 8 mL，塩酸 6-エピドキシサイクリン原液 3 mL 及び塩酸メタサイクリン原液 2 mL に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メタサイクリン，6-エピドキシサイクリン，ドキシサイクリンの順に溶出し，メタサイクリンと 6-エピドキシサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンとドキシサイクリンの分離度は 1.3 以上及び 2.0 以上であり，ドキシサイクリンのピークのシンメトリー係数は 1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メタサイクリン及び 6-エピドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下及び 2.0 % 以下である．

エタノール 本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエタノール(99.5)約 0.4 g を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりエタノールの量を求めるとき，4.3 ～ 6.0 % である．

$$\text{エタノールの量（\%）} = (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S)$$

W_S：エタノール（99.5）の秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液 1-プロパノール溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3.2 mm，長さ 1.5 m の管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン－ジビニルベンゼン共重合体（平均孔径 0.0075 μm，比表面積 500 ～ 600 m^2/g）を充てんする．

カラム温度：135 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 μL につき，上記の条件

で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 1.4 ～ 2.8 %（0.6 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びドキシサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かして正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のドキシサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ドキシサイクリン（$C_{22}H_{24}N_2O_8$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.0 g を水 450 mL に溶かす．この液にメタノール/*N*,*N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン混液（550：3）553 mL を加えた後，水酸化ナトリウム溶液（43 → 200）を加えて pH を 8.0 に調整する．

流量：ドキシサイクリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキシサイクリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ドキシサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

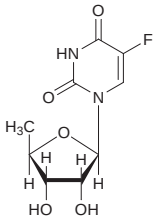
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ドキシフルリジン

Doxifluridine



$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19

5′-Deoxy-5-fluorouridine

［*3094-09-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 191 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋160 ～ ＋174°（乾燥後，0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ～ 5.2 である．

純度試験

（1） フッ化物　本品 0.10 g を薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アセトン/ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液（2：1）5 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アセトン/ランタン－アリザリンコンプレキソン試液混液（2：1）5 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 620 nm における試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.035 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/水混液（17：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，*N*，*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 24.62 mg $C_9H_{11}FN_2O_5$

貯 法 容 器 気密容器．

ドキシフルリジンカプセル
Doxifluridine Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$：246.19）を含む．

製 法 本品は「ドキシフルリジン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「ドキシフルリジン」20 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし 100 mL とした後，ろ過する．ろ液 1 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とした液につき，0.1 mol/L 塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 267 ～ 271 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「ドキシフルリジン」20 mg に対応する量をとり，メタノール 2 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にドキシフルリジン 20 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/酢酸（100）/水混液（17：2：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）約 13 μg を含む液となるように水を加えて正確に *V′* mL とし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 26 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量（mg）
C：1 カプセル中のドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従いドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$） 約 50 mg に対応する量を精密に量り，水 40 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，水/メタノール混液（5：3）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ドキシフルリジンを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，水/メタノール混液（5：3）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドキシフルリジン（$C_9H_{11}FN_2O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ドキシフルリジンの秤取量（mg）

内標準溶液 無水カフェイン溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（13：7）

流量：ドキシフルリジンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキシフルリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

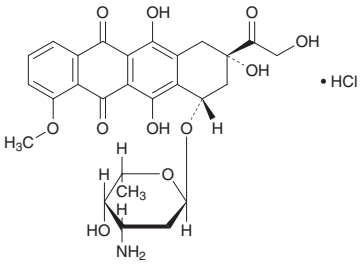
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するドキシフルリジンのピーク高さの比の相対標準偏差は，1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride

塩酸ドキソルビシン



$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl：579.98

(2*S*, 4*S*)−4−(3−Amino−2, 3, 6−trideoxy−α−L−*lyxo*−hexopyranosyloxy)−2, 5, 12−trihydroxy−2−hydroxyacetyl−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione monohydrochloride ［*25316−40−9*］

本品は，ダウノルビシンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1080 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ドキソルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はドキソルビシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：＋240 ～ ＋290°（脱水物に換算したもの 20 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 50 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 50 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　本品 25 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のドキソルビシン以外のそれぞれのピーク面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の 1/4 より大きくない．また試料溶液のドキソルビシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 3 g を薄めたリン酸（7 → 5000）1000 mL に溶かす．この液にアセトニトリル 1000 mL を加える．

流量：ドキソルビシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：ドキソルビシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たドキソルビシンのピーク面積が，標準溶液のドキソルビシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg を水 20 mL に溶かし，リン酸 1.5 mL を加えて，室温で 30 分間放置する．この液に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.5 に調整した液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドキソルビシンに対する相対保持時間約 0.6 のドキソルビシノン，ドキソルビシンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ドキソルビシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びドキソルビシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可

視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 495 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

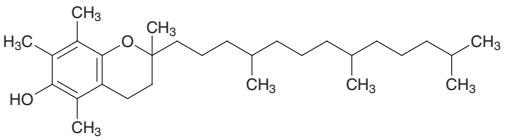
ドキソルビシン塩酸塩（$C_{27}H_{29}NO_{11}$・HCl）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ドキソルビシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

トコフェロール

Tocopherol
dl-α-トコフェロール
ビタミン E



$C_{29}H_{50}O_2$：430.71
2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-ol ［*10191-41-0*］

本品は定量するとき，*dl*-α-トコフェロール（$C_{29}H_{50}O_2$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色～赤褐色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル又は植物油と混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって酸化されて，暗赤色となる．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（292 nm）：71.0 ～ 76.0（10 mg，エタノール（99.5），200 mL）．

屈 折 率〈2.45〉 n^{20}_{D}：1.503 ～ 1.507

比　重〈2.56〉 d^{20}_{20}：0.947 ～ 0.955

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液 C より濃くない．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

定 量 法　本品及びトコフェロール標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロール（$C_{29}H_{50}O_2$）の量（mg）$= W_S \times (H_T / H_S)$

W_S：トコフェロール標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：292 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（49：1）

流量：トコフェロールの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び酢酸トコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，酢酸トコフェロールの順に溶出し，その分離度は 2.6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

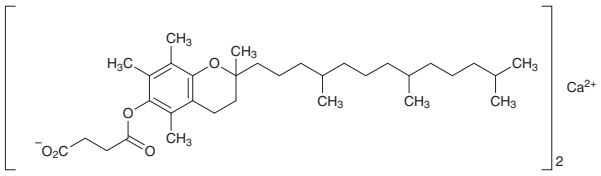
貯　法

保存条件　遮光して，全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する．

容　　器　気密容器．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate
コハク酸トコフェロールカルシウム
ビタミン E コハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$：1099.62
Monocalcium bis{3-[2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yloxycarbonyl]propanoate}
［*14638-18-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*-α-トコフェロールコハク酸エステルカルシウム（$C_{66}H_{106}CaO_{10}$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく，水，エタノール（95）又はアセトンにほとんど溶けない．

本品 1 g に酢酸（100）7 mL を加えて振り混ぜるとき，溶け，しばらく放置すると濁りを生じる．

本品は酢酸（100）に溶ける．

本品は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を酢酸（100）1 mL に溶かし，エタノール（99.5）9 mL を混和する．これに発煙硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2） 本品を乾燥し，その 0.08 g を四塩化炭素 0.2 mL に溶かす．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 5 g をクロロホルム 30 mL に溶かし，塩酸 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水層を分取し，これをアンモニア試液で中和した液は，カルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸光度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（286 nm）：36.0 ～ 40.0（10 mg，クロロホルム，100 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．

（2） アルカリ 本品 0.20 g にジエチルエーテル 10 mL，水 2 mL，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えて振り混ぜるとき，水層は赤色を呈しない．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g を酢酸（100）4 mL に溶かし，水 20 mL 及びジエチルエーテル 50 mL を加え，よく振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層に水 10 mL を加え，振り混ぜ，水層を分取する．水層を合わせ，これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は本品の代わりに 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL を用い，同様に操作して製する（0.212 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を用いる（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） α-トコフェロール 本品 0.10 g をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品 50 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後，更に 2,2′-ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ～ 3 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

定量法 本品及びトコフェロールコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）/薄めた酢酸（100）（1 → 5）混液（9：1）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のトコフェロールコハク酸エステルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム（$C_{66}H_{106}CaO_{10}$）の量（mg）

$= W_S \times (H_T / H_S) \times 1.0358$

W_S：トコフェロールコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：284 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノール/水/酢酸（100）混液（97：2：1）

流量：トコフェロールコハク酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：コハク酸トコフェロール及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）/薄めた酢酸（100）（1 → 5）混液（9：1）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロールコハク酸エステル，トコフェロールの順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロールコハク酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

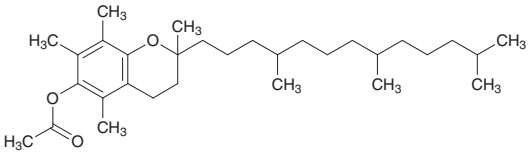
トコフェロール酢酸エステル

Tocopherol Acetate

酢酸トコフェロール

酢酸 *dl*-α-トコフェロール

ビタミン E 酢酸エステル



$C_{31}H_{52}O_3$：472.74

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl acetate ［*7695-91-2*］

本品は定量するとき，*dl*-α-トコフェロール酢酸エステル（$C_{31}H_{52}O_3$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～黄色澄明の粘性の液で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン，クロロホルム，ジエチルエーテル，ヘキサン又は植物油と混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は旋光性を示さない．

本品は空気及び光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 0.05 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加え，75 ℃ で 15 分間加熱するとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロール酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（284 nm）：41.0 ～ 45.0（10 mg，エタノール（99.5），100 mL）．

屈 折 率〈*2.45*〉　n^{20}_{D}：1.494 ～ 1.499

比　重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.952 ～ 0.966

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　α-トコフェロール　本品 0.10 g をとり，ヘキサン 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にトコフェロール標準品 50 mg をとり，ヘキサンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後，更に 2,2′-ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ～ 3 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

定 量 法　本品及びトコフェロール酢酸エステル標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロール酢酸エステルのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する．

トコフェロール酢酸エステル（$C_{31}H_{52}O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (H_T / H_S)$

W_S：トコフェロール酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：284 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（49：1）

流量：トコフェロール酢酸エステルの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，トコフェロール酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 2.6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，トコフェロール酢酸エステルのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

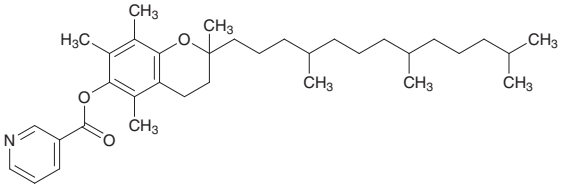
トコフェロールニコチン酸エステル

Tocopherol Nicotinate

ニコチン酸トコフェロール

ニコチン酸 *dl*-α-トコフェロール

ビタミンE ニコチン酸エステル



$C_{35}H_{53}NO_3$：535.80

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl nicotinate［*51898-34-1*］

本品は定量するとき，*dl*-α-トコフェロールニコチン酸エステル（$C_{35}H_{53}NO_3$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色の液体又は固体である．

本品はエタノール（99.5）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，必要ならば加温して溶かし，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトコフェロールニコチン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g をエタノール（99.5）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 7 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステル以外のピークの合計面積は標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の 0.8 ～ 0.9 倍の保持時間のピーク面積は標準溶液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の 4/7 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：メタノール/水混液（19：1）

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からトコフェロールニコチン酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品及びトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トコフェロールニコチン酸エステル（$C_{35}H_{53}NO_3$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：264 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 0.05 g 及びトコフェロール 0.25 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トコフェロール，本品の順に溶出し，その分離度は 3 以上であ

る．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

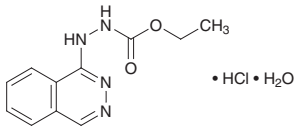
トドララジン塩酸塩水和物

Todralazine Hydrochloride Hydrate

塩酸エカラジン

塩酸トドララジン

トドララジン塩酸塩



$C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl・H_2O：286.71

Ethyl 2-(phthalazin-1-yl)hydrazinecarboxylate monohydrochloride monohydrate ［*3778-76-5*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トドララジン塩酸塩（$C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl：268.70）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 200）2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 5 mL を加えるとき，液は混濁し，黒色の沈殿を生じる．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.30 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.012 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 50 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトドララジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のトドララジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.10 g を薄めたメタノール（2 → 5）1000 mL に溶かす．この液に酢酸（100）を加えて pH を 3.0 ～ 3.5 に調整する．

流量：トドララジンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトドララジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 μL から得たトドララジンのピーク面積が，標準溶液のトドララジンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びフタル酸水素カリウム 5 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フタル酸，トドララジンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トドララジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 6.0 ～ 7.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

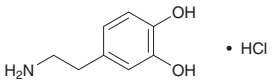
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.87 mg $C_{11}H_{12}N_4O_2$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ドパミン塩酸塩

Dopamine Hydrochloride

塩酸ドパミン



$C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64

4-(2-Aminoethyl)benzene-1,2-diol monohydrochloride

[*62-31-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくい．

融点：約 248 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.8 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロース（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/水/酢酸（100）混液（16：8：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 15 分間加熱する．冷後，酢酸（100）50 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.96 mg $C_8H_{11}NO_2$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ドパミン塩酸塩注射液

Dopamine Hydrochloride Injection

塩酸ドパミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 97 ～ 103 % に対応するドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl：189.64）を含む．

製　法　本品は「ドパミン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「ドパミン塩酸塩」0.04 g に対応する容量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 278 ～ 282 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　3.0 ～ 5.0

エンドトキシン〈*4.01*〉　4.2 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）約 30 mg に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ドパミンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2.5 mL を正確に量り，内標準溶液 2.5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドパミン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_2$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸ドパミンの秤取量（mg）

内標準溶液　ウラシルの移動相溶液（3 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液

流量：ドパミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

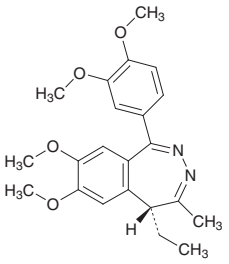
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ドパミンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドパミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

トフィソパム

Tofisopam



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{26}N_2O_4$：382.45

(5*RS*)-1-(3,4-Dimethoxyphenyl)-5-ethyl-7,8-dimethoxy-4-methyl-5*H*-2,3-benzodiazepine　［*22345-47-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トフィソパム（$C_{22}H_{26}N_2O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　155 ～ 159 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/メタノール/ギ酸混液（24：12：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 38.25 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4$

貯　法

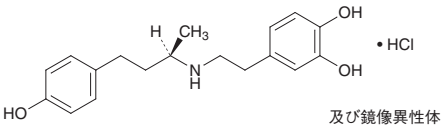
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ドブタミン塩酸塩

Dobutamine Hydrochloride

塩酸ドブタミン



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl：337.84

4-{2-[(1*RS*)-3-(4-Hydroxyphenyl)-1-methylpropylamino]ethyl}benzene-1,2-diol monohydrochloride　［*49745-95-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドブタミン塩酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～ごくうすいだいだい色の結晶性の粉末又は粒である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したドブタミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数

のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

融 点〈2.60〉 188 ～ 191 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加温して溶かし，冷後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液（78：22：5）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びドブタミン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ドブタミン塩酸塩（$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ドブタミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 サリチルアミドの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 125）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の酒石酸緩衝液/メタノール混液（7：3）

流量：ドブタミンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

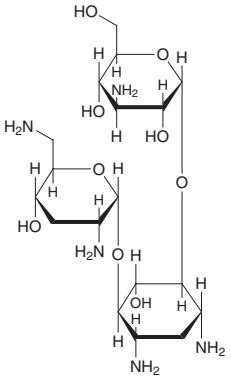
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ドブタミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トブラマイシン

Tobramycin



$C_{18}H_{37}N_5O_9$：467.51

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,6-trideoxy-α-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine ［*32986-56-4*］

本品は，*Streptomyces tenebrarius* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1060 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，トブラマイシン（$C_{18}H_{37}N_5O_9$）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，ホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 125）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により ^1H を測定するとき，δ 5.1 ppm 付近に二重線のシグナル A を，δ 2.6 ～ 4.0 ppm 付近に多重線のシグナル B を，δ 1.0 ～ 2.1 ppm 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 1：8：2 である．

（2） 本品及びトブラマイシン標準品 10 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア試液/1-ブタノール/メタノール混液（5：5：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び

標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋138 ～ ＋148°（脱水物に換算したもの 1 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 9.5 ～ 11.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 80 mg を薄めたアンモニア水（28）（1 → 250）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたアンモニア水（28）（1 → 250）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水（28）/エタノール（95）/2-ブタノン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 110 ℃ で 10 分間乾燥する．直ちに，これに水/次亜塩素酸ナトリウム試液混液（4：1）を噴霧した後，風乾し，更にヨウ化カリウムデンプン試液を噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 11.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

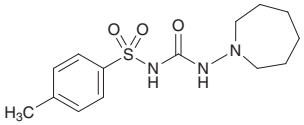
（iii） 標準溶液 トブラマイシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ で保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

トラザミド

Tolazamide



$C_{14}H_{21}N_3O_3S$：311.40

N-(Azepan-1-ylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide ［*1156-19-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トラザミド（$C_{14}H_{21}N_3O_3S$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）又は *n*-ブチルアミンに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 168 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加えてよく振り混ぜた後，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラザミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトラザミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.20 g をアセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に *p*-トルエンスルホンアミド 20 mg をアセトンに溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/シクロヘキサン/薄めたアンモニア水（28）（10 → 11）混液（200：100：60：23）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 110 ℃ で 10 分間加熱し，直ちに塩素に 2 分間さらした後，薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液 1 滴を滴加した

とき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる．これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

（4） *N*−アミノヘキサメチレンイミン　本品 0.50 g にアセトン 2.0 mL を加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，ろ過する．ろ液に三ナトリウム五シアノアミン鉄（Ⅱ）試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，30 分以内に現れる液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：*N*−アミノヘキサメチレンイミン 0.125 g をアセトンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 2.0 mL をとり，pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ，以下同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びトラザミド標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トラザミド（$C_{14}H_{21}N_3O_3S$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トラザミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　トルブタミドのエタノール不含クロロホルム溶液（3 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/水飽和ヘキサン/テトラヒドロフラン/エタノール（95）/酢酸（100）混液（475：475：20：15：9）

流量：トラザミドの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

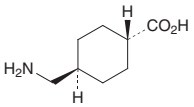
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トラザミドの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

トラネキサム酸

Tranexamic Acid



$C_8H_{15}NO_2$：157.21

trans−4−(Aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid

［*1197−18−8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトラネキサム酸標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 重金属　本品 2.0 g を水に溶かして 20 mL とし，試料原液とする．試料原液 12 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，振り混ぜる．この液にチオアセトアミド試液 1.2 mL を加えて直ちに振り混ぜ，試料溶液とする．別に，鉛標準液 1 mL，試料原液 2 mL 及び水 9 mL の混液を用いて同様に操作し，標準溶液とする．また，水 10 mL 及び試料原液 2 mL の混液を用いて同様に操作し，対照溶液とする．標準溶液の呈する色は，対照溶液よりわずかに濃いことを確認する．各溶液を調製した 2 分後に試料溶液及び標準溶液を比較するとき，試料溶液の呈する色は標準溶液より濃くない（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かして検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 1.5 の試料溶液から得たピークの面積に 1.2 の感度係数を乗じた面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 2/5 より大きくなく，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 2.1 の試料溶液から得たピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 1/5 より大きくない．また，これらのピーク及びトラネキサム酸

以外の試料溶液の各々のピークの面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 1/5 より大きくない．ただし，トラネキサム酸に対する相対保持時間約 1.1 のピークの面積には 0.005 の感度係数を乗じ，相対保持時間約 1.3 のピークの面積には 0.006 の感度係数を乗じる．また，試料溶液から得たトラネキサム酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラネキサム酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たトラネキサム酸のピーク面積が，標準溶液のトラネキサム酸のピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 7 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びトラネキサム酸標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0 g を水 500 mL に溶かし，トリエチルアミン 5 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4 g を加える．リン酸又はリン酸溶液（1 → 10）で pH 2.5 に調整した後，水を加えて 600 mL とする．この液にメタノール 400 mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 0.6 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

トラネキサム酸カプセル

Tranexamic Acid Capsules

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「トラネキサム酸」0.5 g に対応する量をとり，水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.28 mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 900$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

C：1 カプセル中のトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0 g を水 500 mL に溶かし，トリエチルアミン 10 mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4 g を加える．この液にリン酸を加え，pH 2.5 に調整し，水を加えて 600 mL とする．この液にメタノール 400 mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 8 分になるよう

に調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，水を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トラネキサム酸錠
Tranexamic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トラネキサム酸」0.5 g に対応する量をとり，水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 5 g に対応する量を精密に量り，水 150 mL を加え，超音波を用いて完全に崩壊させた後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 100$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トラネキサム酸注射液
Tranexamic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$：157.21）を含む．

製 法 本品は「トラネキサム酸」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「トラネキサム酸」50 mg に対応する容量をとり，水を加えて 5 mL とし，ニンヒドリン試液 1 mL を加え，加熱するとき，液は濃紫色を呈する．

pH〈2.54〉 7.0 ～ 8.0

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.12 EU/mg 未満.

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する.

不溶性異物〈*6.06*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する.

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のトラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

トラネキサム酸（$C_8H_{15}NO_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トラネキサム酸標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器，カラム及び移動相は「トラネキサム酸」の定量法の試験条件を準用する.

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 16 分になるように調整する.

システム適合性

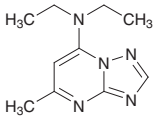
システムの性能：標準溶液 5 mL をとり，別に 4-アミノメチル安息香酸 10 mg を水に溶かし，100 mL とした液 1 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 30 μL につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム酸，4-アミノメチル安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である.

貯　法　容　　器　密封容器.

トラピジル

Trapidil



$C_{10}H_{15}N_5$：205.26

7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-*a*]pyrimidine

[*15421-84-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トラピジル（$C_{10}H_{15}N_5$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95），無水酢酸又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくい.

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.5 である.

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL にドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき，液はだいだい色を呈する.

（2） 本品の水溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（307 nm）：860 ～ 892（乾燥後，20mg，水，2500 mL）.

融　点〈*2.60*〉 101 ～ 105 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 2.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）.

（3） アンモニウム　本品 0.05 g をとり，共栓三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 10 滴を加えてよく湿潤させ，栓をする．これを 37 ℃ で 15 分間放置するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1.5 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加え 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（6） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）/酢酸（100）混液（85：13：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 60 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

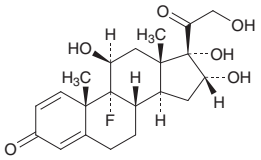
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.53 mg $C_{10}H_{15}N_5$

貯　法　容　　器　気密容器.

トリアムシノロン

Triamcinolone



$C_{21}H_{27}FO_6$：394.43

9-Fluoro-11β,16α,17,21-tetrahydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione ［*124-94-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロン（$C_{21}H_{27}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水，2-プロパノール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 264 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 1 mg をエタノール（95）6 mL に溶かし，2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ 0.1 g ずつに 2-プロパノール/水混液（2：1）7 mL を加え，加温して溶かす．これを氷冷し，析出する結晶をろ取し，水 10 mL で 2 回洗った後，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉［α］$^{20}_{D}$：+65 ～ +71°（乾燥後，0.1 g，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド，10 mL，100 mm）．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリアムシノロン（$C_{21}H_{27}FO_6$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリアムシノロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチル 15 mg を，L-アスコルビン酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリアムシノロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

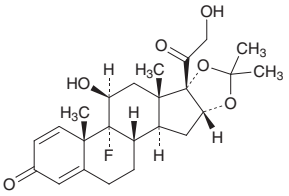
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トリアムシノロンアセトニド

Triamcinolone Acetonide



$C_{24}H_{31}FO_6$：434.50

9-Fluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione ［*76-25-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムシノロンアセトニド（$C_{24}H_{31}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（99.5），アセトン又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg をエタノール（95）40 mL に溶かし，2,6-ジ-*t*-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 20 分間加熱するとき，液は緑色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリアムシノロンアセトニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトリアムシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品のそれぞれ 0.1 g ずつにエタノール（95）20 mL を加えて溶かした後，エタノールを蒸発し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋100 ～ ＋107°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 40 mg をアセトン 4 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（93：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定量法 本品及びトリアムシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリアムシノロンアセトニド（$C_{24}H_{31}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリアムシノロンアセトニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 プレドニゾロンのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリアムシノロンアセトニドの保持時間が約 13 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリアムシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するトリアムシノロンアセトニドのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

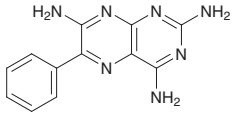
貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

トリアムテレン

Triamterene



$C_{12}H_{11}N_7$：253.26

6-Phenylpteridine-2,4,7-triamine ［*396-01-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリアムテレン（$C_{12}H_{11}N_7$）98.5 % 以上を含む．

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は，硝酸又は硫酸に溶けるが，希硝酸，希硫酸又は希塩酸に溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて加熱し，冷後，ろ過するとき，ろ液は紫色の蛍光を発する．この液 2 mL に塩酸 0.5 mL を加えるとき，液の蛍光は消える．

（2） （1）のろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品 0.01 g を酢酸（100）100 mL に溶かす．この

液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をジメチルスルホキシド 20 mL に溶かす．この液 2 mL にメタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）/メタノール混液（9：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，酢酸（100）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.66 mg $C_{12}H_{11}N_7$

貯 法 容 器 密閉容器．

歯科用トリオジンクパスタ

Dental Triozinc Paste

本品は「パラホルムアルデヒド」，「チモール」，無水硫酸亜鉛及び「酸化亜鉛」を含む散剤と，「クレゾール」，「カリ石ケン」及び「グリセリン」を含む液剤とからなる．用時両者の適量を研和して使用する．

製 法

（1） 散剤

パラホルムアルデヒド，細末	10 g
チモール，細末	3 g
硫酸亜鉛水和物	9 g
酸化亜鉛	82 g
全 量	約 100 g

「硫酸亜鉛水和物」をあらかじめ約 250 ℃ で加熱して無水硫酸亜鉛とし，冷後，細末としてこれに「チモール」，「パラホルムアルデヒド」及び「酸化亜鉛」を均等に混和して製する．

（2） 液剤

クレゾール	40 g
カリ石ケン	40 g
グリセリン	20 g
全 量	100 g

「カリ石ケン」を「クレゾール」及び「グリセリン」の混液に溶かして製する．

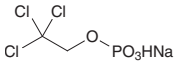
性 状 散剤は白色微細の粉末で，特異なにおいがあり，液剤は黄褐色～赤褐色澄明濃稠の液で，クレゾールのにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

トリクロホスナトリウム

Triclofos Sodium

リン酸トリクロルエチルナトリウム



$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37

Monosodium 2,2,2-trichloroethyl monohydrogenphosphate

［*7246-20-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロホスナトリウム（$C_2H_3Cl_3NaO_4P$）97.0 ～ 102.0 % を含み，また，塩素（Cl：35.45）41.0 ～ 43.2 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品 0.5 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に直火で強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え，10 分間加熱する．冷後，残留物を水 40 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.178 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離リン酸 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は，1.0 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 287.8$

W：本品の秤取量（mg）

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，100 ℃，3 時間）．

定 量 法

（1） トリクロホスナトリウム 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，硫酸 2 mL 及び硝酸 2.5 mL を加え，褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する．冷後，硝酸 1 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．この液を水 150 mL を用いてフラスコに移し，酸化モリブデン（Ⅲ）・クエン酸試液 50 mL を加え，穏やかに沸点まで加熱した後，かき混ぜながらキノリン試液 25 mL を徐々に加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，沈殿をろ過し，更に洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗した後，この沈殿を水 100 mL を用いてフラスコに移し，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加えて溶かし，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン・チモールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 4.834$ mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

（2） 塩素 本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 20 mL を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉の塩素の定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器 気密容器．

トリクロホスナトリウムシロップ

Triclofos Sodium Syrup

リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するトリクロホスナトリウム（$C_2H_3Cl_3NaO_4P$：251.37）を含む．

製 法 本品は「トリクロホスナトリウム」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.25 g に対応する量をとり，水 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，薄めた硫酸（3 → 50）5 mL を加え，3-メチル-1-ブタノール 25 mL で抽出する．3-メチル-1-ブタノール抽出液 5 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物に薄めた硫酸（1 → 2）1 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱し，水 7 mL を加えた後，シュウ酸二水和物溶液（1 → 20）を液の色が消えるまで加える．この液 1 mL にピリジン 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加え，水浴中で振り混ぜながら 1 分間加熱するとき，ピリジン層はうすい赤色を呈する．

（2） （1）で得た 3-メチル-1-ブタノール抽出液 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え，10 分間加熱する．冷後，残留物を水 40 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．残りのろ液は塩化物の定性反応（1）〈1.09〉及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 6.5

定 量 法 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.13 g に対応する量を精密に量り，水 15 mL，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びジエチルエーテル 15 mL を加えて，1 分間振り混ぜた後，水層を分取する．ジエチルエーテル層は水 1 mL で洗い，洗液は先の水層に合わせる．この液に薄めた硫酸（3 → 50）2.5 mL を加え，3-メチル-1-ブタノール 10 mL ずつで 4 回抽出する．全 3-メチル-1-ブタノール抽出液を合わせ，3-メチル-1-ブタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL 及び希水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL を正確に量り，ガラスアンプルに入れ，融封した後混和する．これを高圧蒸気滅菌器を用いて 120 ℃ で 2 時間加熱する．冷後，内容物をフラスコに移し，薄めた硝酸（63 → 500）20 mL を加える．次に 0.02 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加えた後，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を 0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 1.676 mg $C_2H_3Cl_3NaO_4P$

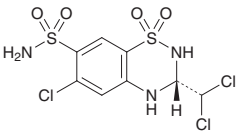
貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

トリクロルメチアジド

Trichlormethiazide



及び鏡像異性体

$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66

(3*RS*)−6−Chloro−3−dichloromethyl−3,4−dihydro−2*H*−1,2,4−benzothiadiazine−7−sulfonamide 1,1−dioxide

［*133−67−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトン溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

融点：約 270 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（3 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトリクロルメチアジド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.036 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.6 g をとり，第 5 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 20 mL を用いる（3.3 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約 0.3 の 4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミドの量は 2.0 % 以下であり，類縁物質の総量は 2.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

移動相 B：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4−アミノ−6−クロロベンゼン−1,3−ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びトリクロルメチアジド標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL ずつを正確に加えて溶かす．この液 1 mL ずつにアセトニトリルを加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液と

する．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 800）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジドの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

トリクロルメチアジド錠
Trichlormethiazide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$：380.66）を含む．

製　法　本品は「トリクロルメチアジド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」4 mg に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品 4 mg をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール混液（10：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「トリクロルメチアジド」10 mg に対応する量をとり，アセトニトリル 20 mL を加え，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，トリクロルメチアジドに対する相対保持時間が約 0.3 の 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの量は 4.0 % 以下であり，トリクロルメチアジド以外のピークの合計量は 5.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）

移動相 B：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 1000）混液（3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	100	0
10 ～ 20	100 → 0	0 → 100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：「トリクロルメチアジド」25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たトリクロルメチアジドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，崩壊させる．表示量に従いトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）2 mg 当たり内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリルを加えて 25 mL とし，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をとり，1 mL 中にトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 40 μg を含む液となるように移動相を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL 及び薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times C \times (1 / 20)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 5000）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 1.1 μg を含む液となるように薄めたリン酸（1 → 50）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 50）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 40 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約 0.3 のピーク面積 A_{Tb} を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 75 % 以上である．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(A_{Ta} + 0.95A_{Tb}) / A_{Sa}\} \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 2)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：「トリクロルメチアジド」25 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かす．この液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 5 mL に水 5 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間加温する．冷後，この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド，トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドの保持時間に対する 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミドの相対保持時間は，約 0.3 であり，また，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である．
システムの再現性：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリクロルメチアジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）約 2 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，内標準溶液 10 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL を加え，15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 2 mL をとり，移動相 2 mL を加え，試料溶液とする．別にトリクロルメチアジド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，アセトニトリル 10 mL 及び薄めたリン酸（1 → 50）5 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリクロルメチアジド（$C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：トリクロルメチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　3-ニトロフェノールのアセトニトリル溶液（1 → 5000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めたリン酸（1 → 1000）/アセトニトリル混液（3：1）
流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約 8 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トリクロルメチアジド

の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

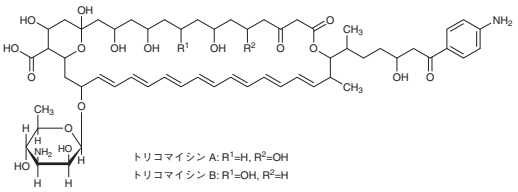
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

トリコマイシン

Trichomycin

ハチマイシン



トリコマイシン A

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,9,11,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid ［*12698-99-6*］

トリコマイシン B

33-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-17-[6-(4-aminophenyl)-4-hydroxy-1-methyl-6-oxohexyl]-1,3,5,7,9,37-hexahydroxy-18-methyl-13,15-dioxo-16,39-dioxabicyclo[33.3.1]nonatriaconta-19,21,23,25,27,29,31-heptaene-36-carboxylic acid ［*12699-00-2*］

［*1394-02-1*，トリコマイシン］

本品は，*Streptomyces hachijoensis* の培養によって得られる抗真菌活性及び抗原虫活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 7000 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，トリコマイシンとしての量を単位で示し，その 1 単位はトリコマイシン 0.05 μg に対応する．

性 状 本品は黄色～黄褐色の粉末である．

本品は水，エタノール（99.5）又はテトラヒドロフランにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は青色を呈し，放置するとき，液は青紫色に変わる．

（2） 本品 1 mg を水酸化ナトリウム溶液（1 → 200）50 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 359 ～ 365 nm，378 ～ 384 nm 及び 400 ～ 406 nm に吸収の極大を示す．

成分含量比 本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg を液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりトリコマイシン A 及びトリコマイシン B のピーク面積を測定するとき，それぞれ 20 ～ 40 % 及び 15 ～ 25 % である．ただし，トリコマイシン A に対するトリコマイシン B の相対保持時間は約 1.2 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を水 600 mL 及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 400 mL に溶かす．

流量：トリコマイシン A の保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：トリコマイシン A の保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）を加えて正確に 30 mL とする．この液 5 μL から得たトリコマイシン A のピーク面積が，システム適合性試験用溶液のトリコマイシン A のピーク面積の 12 ～ 22 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリコマイシン A，トリコマイシン B の順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリコマイシン A のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びトリコマイシン標準品約 150000 単位に対応する量を精密に量り，それぞれを液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトリコマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

トリコマイシンの量（単位）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トリコマイシン標準品の秤取量（単位）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：360 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 15 g を水 120 mL に溶かし，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 1000 mL 及びメタノール 700 mL を加える．

流量：トリコマイシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 5 mg 及び塩化ベルベリン 1 mg を液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン/水混液（3：1）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベルベリン，トリコマイシンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

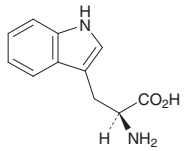
貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

L-トリプトファン

L-Tryptophan



$C_{11}H_{12}N_2O_2$：204.23

(2*S*)-2-Amino-3-(indol-3-yl)propanoic acid　[*73-22-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-トリプトファン（$C_{11}H_{12}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：－30.0 ～ －33.0°　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，水 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 25 mL とし，層長 100 mm で測定する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.4 ～ 6.4 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を 2 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 0.5 g を希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品 0.6 g に水 40 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4）　アンモニウム〈1.02〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g に 1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び水 2 mL を加え，加熱して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7）　類縁物質　本品 0.30 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.42 mg $C_{11}H_{12}N_2O_2$

貯　法

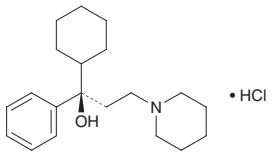
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩

Trihexyphenidyl Hydrochloride

塩酸トリヘキシフェニジル



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{31}NO$・HCl：337.93

(1*RS*)-1-Cyclohexyl-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride ［*52-49-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 1 g に水 100 mL を加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 5 mL に 2,4,6-トリニトロフェノールのクロロホルム溶液（1 → 50）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．

（2） （1）の試料溶液 20 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，少量の水で洗い，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 113 ～ 117 ℃ である．

（3） （1）の試料溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.5 g に水 60 mL を加え，80 ℃ の水浴中で加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液 40 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） ピペリジルプロピオフェノン　本品 0.10 g をとり，水 40 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 247 nm における吸光度は 0.50 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
　= 33.79 mg $C_{20}H_{31}NO$・HCl

貯 法 容　器　気密容器．

トリヘキシフェニジル塩酸塩錠

Trihexyphenidyl Hydrochloride Tablets

塩酸トリヘキシフェニジル錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl：337.93）を含む．

製　法　本品は「トリヘキシフェニジル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.1 g に対応する量をとり，クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物に水 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，これを試料溶液とする．試料溶液 5 mL につき，「トリヘキシフェニジル塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「トリヘキシフェニジル塩酸塩」0.01 g に対応する量をとり，クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品 0.02 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） （1）の試料溶液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，希塩酸 2 mL 及び水 60 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜて崩壊させた後，水浴上で時々振り混ぜながら，10 分間加温する．冷後，メタノール 2 mL を加えた後，1 mL 中にトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO$・HCl）約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に *V* mL とし，必要ならば遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品（別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 10 mL 及びクロロホルム 15 mL を正確に加え，密栓してよく振り

混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

トリヘキシフェニジル塩酸塩($C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$) の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 1000)$

W_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び溶出試験第 2 液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた酢酸（31）（1 → 10）1 mL を正確に加え，直ちにブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜる．次にジクロロメタン 10 mL を正確に加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，水層を除き，ジクロロメタン層をとる．これらの液につき，ジクロロメタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 415 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_B を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times (1 / C) \times 18$

W_S：トリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，希塩酸 2 mL 及び水 60 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 10 分間加温して溶かす．冷後，メタノール 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品（別途「トリヘキシフェニジル塩酸塩」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ，ブロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 10 mL 及びクロロホルム 15 mL を正確に加え，密栓してよく振り混ぜた後，遠心分離する．それぞれのクロロホルム層 10 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

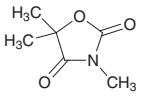
トリヘキシフェニジル塩酸塩（$C_{20}H_{31}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 10)$

W_S：乾燥物に換算したトリヘキシフェニジル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

トリメタジオン

Trimethadione



$C_6H_9NO_3$：143.14
3,5,5-Trimethyl-1,3-oxazolidine-2,4-dione ［*127-48-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメタジオン（$C_6H_9NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，カンフルようのにおいがある．

本品はエタノール（95）又はクロロホルムに極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，直ちに沈殿を生じる．

（2） 本品のクロロホルム溶液（1 → 50）を試料溶液とし，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により層長 0.1 mm の塩化ナトリウム製固定セルを用いて試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 45 ～ 47 ℃

純度試験 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，エタノール（95）5 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，密栓して，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クレゾールレッド試液 4 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 14.31 mg $C_6H_9NO_3$

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

トリメタジオン錠
Trimethadione Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94 ～ 106 % に対応するトリメタジオン（$C_6H_9NO_3$：143.14）を含む．

製　法　本品は「トリメタジオン」をとり，錠剤の製法により製する．

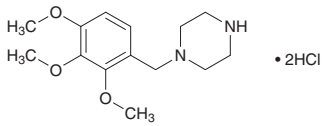
確認試験
（1）本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジオン」1 g に対応する量をとり，石油ベンジン 10 mL を加え，15 分間しばしば振り混ぜた後，傾斜して石油ベンジンを除き，更に石油ベンジン 10 mL を加えて同じ操作を繰り返す．残留物にジエチルエーテル 25 mL を加えて 20 分間時々振り混ぜた後，ろ過し，室温でろ液を蒸発し，残留物をデシケーター（シリカゲル）で 6 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 44 ～ 47 ℃ である．また，このものにつき，「トリメタジオン」の確認試験（1）を準用する．
（2）（1）の残留物を乾燥させたもののクロロホルム溶液（1 → 50）を調製する．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により，層長 0.1 mm の塩化ナトリウム製固定セルを用いて測定するとき，波数 2960 cm^{-1}，1814 cm^{-1}，1735 cm^{-1}，1445 cm^{-1}，1394 cm^{-1}，1290 cm^{-1}，1100 cm^{-1} 及び 1055 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジオン（$C_6H_9NO_3$）約 1 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，15 分間穏やかに煮沸し，温時ガラスろ過器（G4）を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過する．残留物は温エタノール（95）10 mL ずつで 3 回洗い，洗液はメスフラスコに合わせ，冷後，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を正確に加え，密栓して，時々振り混ぜて 15 分間放置した後，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クレゾールレッド試液 4 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 14.31 mg $C_6H_9NO_3$

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

トリメタジジン塩酸塩
Trimetazidine Hydrochloride
塩酸トリメタジジン



$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26
1-(2, 3, 4-Trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride
［*13171-25-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）98.0 ～101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．
本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.3 ～ 3.3 である．
融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験
（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 6250）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（2） 類縁物質　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルアミン/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開し，風乾した後，110 ℃ で 1 時間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，90 ～ 100 ℃ で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定

〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.96 mg $C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl

貯 法 容 器 気密容器．

トリメタジジン塩酸塩錠

Trimetazidine Hydrochloride Tablets
塩酸トリメタジジン錠

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl：339.26）を含む．

製 法 本品は「トリメタジジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トリメタジジン塩酸塩」10 mg に対応する量をとり，エタノール（95）/水混液（3：1）10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液をとり，水浴上で溶媒を留去し，残留物に水 2 mL を加えて振り混ぜる．この液 1 mL に *p*-ベンゾキノン試液 1 mL を加え，2 ～ 3 分間穏やかに煮沸し，冷却するとき，液は赤色を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）15 mL を加え，10 分間超音波処理し，更に 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液を遠心分離した後，表示量に従いトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 0.75 mg に対応する上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/2\ V)$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸の 0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）溶液（7 → 40000）

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 3.3 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 17 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のトリメタジジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）
C：1 錠中のトリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）約 3 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）15 mL を加え，10 分間超音波処理し，更に 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液を遠心分離した後，上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸トリメタジジン（別途「トリメタジジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トリメタジジン塩酸塩（$C_{14}H_{22}N_2O_3$・2HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸トリメタジジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸の 0.1 mol/L 塩酸試液/エタノール（99.5）混液（1：1）溶液（7 → 40000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液（17：3）

流量：トリメタジジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメタジジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトリメタジジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

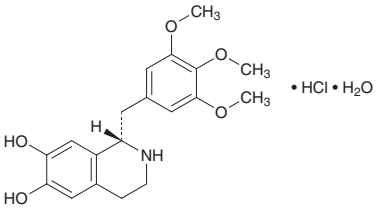
トリメトキノール塩酸塩水和物

Trimetoquinol Hydrochloride Hydrate

塩酸トリメトキノール

塩酸トレトキノール

トリメトキノール塩酸塩



$C_{19}H_{23}NO_5$・HCl・H_2O：399.87

(1*S*)−1−(3, 4, 5−Trimethoxybenzyl)−1, 2, 3, 4−tetrahydroisoquinoline−6, 7−diol monohydrochloride monohydrate ［*18559−59−6*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，トリメトキノール塩酸塩（$C_{19}H_{23}NO_5$・HCl：381.85）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（99.5）にやや溶けにくい．

融点：約 151 ℃（分解，ただし 105 ℃ で 4 時間減圧乾燥後）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−16 ～ −19°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，加温，冷後，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2 g 及び 1−ペンタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 1000 mL に溶かす．この液にリン酸を加えて pH を 2.8 ～ 3.2 に調整した後，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する．ろ液 800 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：トリメトキノールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメトキノールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たトリメトキノールのピーク面積が，標準溶液のトリ

メトキノールのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及び塩酸プロカイン 1 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，トリメトキノールの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメトキノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 3.5 ～ 5.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸 2 mL 及びエタノール（99.5）70 mL を加え，よくかき混ぜて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，第一変曲点と第二変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　= 38.19 mg $C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$

貯　法

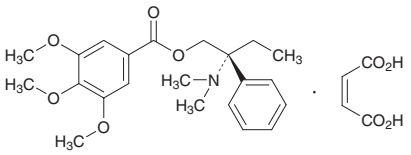
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

トリメブチンマレイン酸塩

Trimebutine Maleate

マレイン酸トリメブチン



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$：503.54

(2*RS*)−2−Dimethylamino−2−phenylbutyl 3,4,5−trimethoxybenzoate monomaleate ［*34140−59−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トリメブチンマレイン酸塩（$C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミド又は酢酸（100）に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品の *N*,*N*−ジメチルホルムアミド溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 131 ～ 135 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，これらのピークの合計面積は，標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（17 → 20000）に酢酸アンモニウム溶液（1 → 1000）を加えて pH を 3.0 に調整した液 650 mL に 1−ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g を加えて溶かす．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：トリメブチンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たトリメブチンのピーク面積が，標準溶液のトリメブチンのピーク面積の 20 ～ 30 % になることを確認する．

システムの性能：本品 40 mg 及び塩酸イミプラミン 20 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液（13：7）100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリメブチン，イミプラミンの順に溶出し，その分離度は 2.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリメブチンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

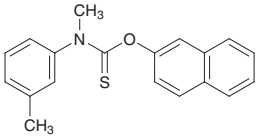
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.35 mg $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$

貯 法 容 器 密閉容器.

トルナフタート

Tolnaftate

トルナフテート



$C_{19}H_{17}NOS$：307.41

O-Naphthalen-2-yl *N*-methyl-*N*-(3-methylphenyl)thiocarbamate ［*2398-96-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）98.0 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の粉末で，においはない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL 及び水 5 mL を加え，還流冷却器を付け，3 時間加熱する．冷後，その 10 mL をとり，これに酢酸（100）2 mL を加えた後，酢酸鉛（Ⅱ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，黒色の沈殿を生じる.

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はトルナフタート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したトルナフタート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融 点〈2.60〉 111 ～ 114 ℃（乾燥後）.

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え，白煙が生じるまで加熱する．冷後，更に硝酸 2 mL を加え，白煙が生じるまで加熱する．次に冷後，硝酸 2 mL 及び過塩素酸 0.5 mL を加え，徐々に加熱し，白煙を生じさせる操作を 2 回行った後，白煙が生じなくなるまで加熱する．これを 500 ～ 600 ℃ で 1 時間強熱し，灰化する．以下第 2 法により操作し，50 mL の検液とし，試験を行う．比較液は硝酸 11 mL，硫酸 1 mL，過塩素酸 1 mL 及び塩酸 2 mL を加えて検液と同様に操作し，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.

（2） 類縁物質 本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，65 ℃，3 時間）.

強熱残分〈2.44〉 本品約 2 g を精密に量り，徐々に加熱して炭化させる．次に硫酸 1 mL で潤し，白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し，更に 450 ～ 550 ℃ で約 2 時間強熱して恒量とするとき，残分は 0.1 % 以下である.

定 量 法 本品及びトルナフタート標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにメタノール 200 mL を加え，水浴中で加温して溶かし，冷後，メタノールを加えて正確に 250 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 257 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：トルナフタート標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器.

トルナフタート液

Tolnaftate Solution

トルナフテート液

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するトルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$：307.41）を含む.

製 法 本品は「トルナフタート」をとり，液剤の製法により製する.

確認試験

（1） 本品 1 滴をろ紙にスポットする．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を噴霧するとき，スポットは淡黄色を呈する.

（2） 本品の表示量に従い「トルナフタート」0.02 g に対応する容量をとり，クロロホルムを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品 0.02 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につ

き，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法 本品のトルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にトルナフタート標準品を 65 ℃ で 3 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトルナフタートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

トルナフタート（$C_{19}H_{17}NOS$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：トルナフタート標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　フタル酸ジフェニルのクロロホルム溶液（3 → 200）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（7：3）

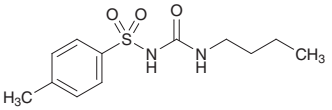
流量：トルナフタートの保持時間が約 14 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トルナフタートの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

トルブタミド

Tolbutamide



$C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35

N-(Butylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide

[*64-77-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に薄めた硫酸（1 → 3）8 mL を加え，還流冷却装置を付け，30 分間煮沸する．この液を氷水中で冷却し，析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 135 ～ 139 ℃ である．

（2） （1）のろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）約 20 mL を加えてアルカリ性とし，加熱するとき，アンモニアようのにおいを発する．

融 点〈2.60〉 126 ～ 132 ℃

純度試験

（1） 酸　本品 3.0 g に水 150 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，氷水中で 1 時間放置し，ろ過する．ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 塩化物〈1.03〉 （1）のろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （1）のろ液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.021 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 30 mL に溶かし，水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 27.04$ mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器．

トルブタミド錠

Tolbutamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$：270.35）を含む．

製 法 本品は「トルブタミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「トルブタミド」0.5 g に対応する量をとり，クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物につき，「トルブタミド」の確認試験を準用する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 7.4 のリン酸塩緩衝液

900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトルブタミド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノール 10 mL を加えて溶かした後，pH 7.4 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 226 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (90 / C) \times (1 / 5)$$

W_S：トルブタミド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のトルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）の表示量（mg）

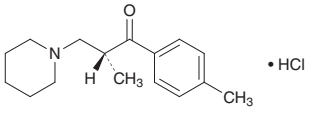
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．トルブタミド（$C_{12}H_{18}N_2O_3S$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，中和エタノール 50 mL に溶かし，水 25 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 27.04 mg $C_{12}H_{18}N_2O_3S$

貯 法 容 器 密閉容器．

トルペリゾン塩酸塩

Tolperisone Hydrochloride
塩酸トルペリゾン



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$：281.82
(2*RS*)-2-Methyl-1-(4-methylphenyl)-3-piperidin-1-ylpropan-1-one monohydrochloride ［*3644-61-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トルペリゾン塩酸塩（$C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

融点：167 ～ 174 ℃

確認試験

（1） 本品 0.2 g をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL にヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，赤褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加えた後，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\,\%}_{1\,\mathrm{cm}}$（257 nm）：555 ～ 585（乾燥後，5 mg，エタノール（95），500 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 4.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 塩酸ピペリジン 本品 0.20 g をとり，水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ピペリジン 20 mg をとり，水に溶かし，正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5.0 mL ずつを別々の分液漏斗にとり，それぞれに硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）0.1 mL を加え，次にアンモニア水（28）0.1 mL を加え，更にイソオクタン/二硫化炭素混液（3：1）10 mL を正確に加えた後，30 分間激しく振り混ぜる．静置後，直ちにイソオクタン/二硫化炭素混液層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水する．これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 438 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

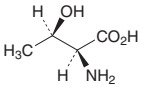
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.18 mg $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

L−トレオニン

L−Threonine

L−スレオニン



$C_4H_9NO_3$：119.12

(2*S*, 3*R*)−2−Amino−3−hydroxybutanoic acid ［*72−19−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L−トレオニン（$C_4H_9NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−26.0 ～ −29.0°（乾燥後，1.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質　本品 0.30 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

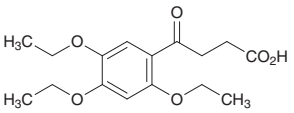
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.91 mg $C_4H_9NO_3$

貯　法　容　器　気密容器．

トレピブトン

Trepibutone



$C_{16}H_{22}O_6$：310.34

4−Oxo−4−(2, 4, 5−triethoxyphenyl)butanoic acid

［*41826−92−0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トレピブトン（$C_{16}H_{22}O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はないか，又はわずかに特異なあと味がある．

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の薄めた希水酸化ナトリウム試液（1 → 10）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に鋭い多重線のシグナル A を，δ 2.7 ppm 付近に三重線のシグナル B を，δ 3.3 ppm 付近に三重線のシグナル C を，δ 4.2 ppm 付近に多重線のシグナル D を，δ 6.4 ppm 付近に鋭い単一線のシグナル E を，δ 7.4 ppm 付近に鋭い単一線のシグナル F を，また，δ 10.5 ppm 付近に単一線のシグナル G を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D：E：F：G はほぼ 9：2：2：6：1：1：1 である．

融　点〈*2.60*〉 146 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソプロピルエーテル/アセトン/水/ギ酸混液（100：30：3：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，水 50 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 31.03 mg $C_{16}H_{22}O_6$

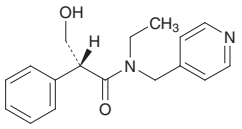
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

トロピカミド

Tropicamide



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2O_2$：284.35

(2*RS*)-*N*-Ethyl-3-hydroxy-2-phenyl-*N*-(pyridin-4-ylmethyl)propanamide ［*1508-75-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，トロピカミド（$C_{17}H_{20}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくく，石油エーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品 1.0 g を水 500 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.0 である．

確認試験

（1） 本品 5 mg にバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液（1 → 200）0.5 mL を加え加熱するとき，青紫色を呈する．

（2） 本品 5 mg にエタノール（95）1 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし，1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）2 ～ 3 滴及びエタノール（95）3 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（255 nm）：166 ～ 180（乾燥後，5 mg，2 mol/L 塩酸試液，200 mL）．

融 点〈2.60〉 96 ～ 99 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL にエタノール（95）30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.016 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール（95）30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3） *N*-エチル-γ-ピコリルアミン 本品 0.10 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，アセトアルデヒド溶液（1 → 20）1 mL を加えてよく振り混ぜ，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴及び炭酸水素ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈しない．

（4） トロパ酸 本品 10 mg に四ホウ酸ナトリウム十水和物 5 mg 及び 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 7 滴を加え，水浴中で 3 分間加熱し，氷水中で冷却した後，無水酢酸 5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

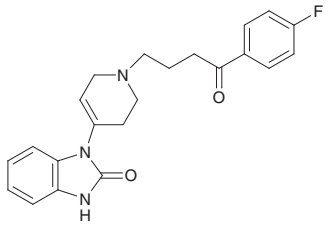
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.44 mg $C_{17}H_{20}N_2O_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ドロペリドール
Droperidol



$C_{22}H_{22}FN_3O_2$：379.43
1-{1-[4-(4-Fluorophenyl)-4-oxobutyl]-1,2,3,6-tetrahydropyridin-4-yl}-1,3-dihydro-2*H*-benzoimidazol-2-one ［*548-73-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ドロペリドール（$C_{22}H_{22}FN_3O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，ジクロロメタンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 30 mg を褐色のメスフラスコにとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL を褐色のメスフラスコにとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときには，本品をアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル，70 ℃）で 4 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をジクロロメタン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/クロロホルム/メタノール/pH 4.7 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（54：23：18：5）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（0.5 g，減圧，シリカゲル，70 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.94 mg $C_{22}H_{22}FN_3O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

トロンビン
Thrombin

本品はヒト又はウシの血液から製したプロトロンビンに，カルシウムイオンの存在で，トロンボプラスチンを作用させて製し，滅菌して凍結乾燥したものである．

本品は定量するとき，表示されたトロンビン単位の 80 ～ 150 % を含む．

本品 1 mg は 10 単位以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の無晶形の物質である．

本品 500 単位当たりの量を生理食塩液 1.0 mL に溶かすとき，1 分間以内に澄明又はわずかに混濁して溶ける．

乾燥減量〈*2.41*〉　3 % 以下（50 mg，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

無　菌〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i）　フィブリノーゲン溶液　フィブリノーゲン約 30 mg を精密に量り，生理食塩液 3 mL に溶かし，トロンビン約 3 単位を加えて，時々振り混ぜながら十分に凝固させ，析出した凝固物質を分取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水でよく洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥し，質量を量り，凝固物質のパーセント（%）を計算する．ここに得たパーセント（%）から別にフィブリノーゲンを凝固物質の量が 0.20 % になるように生理食塩液に溶かし，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液（必要ならば，0.5 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を用いる）で pH を 7.0 ～ 7.4 に調整した後，0.10 % となるように生理食塩液を加える．

（ii）　操作法　トロンビン標準品を生理食塩液に溶かし，この液 1 mL 中に 4.0，5.0，6.2 及び 7.5 単位を含む 4 種の標準溶液を製する．あらかじめ 20 ～ 30 ℃ の間の任意の温度で ±1 ℃ に保った標準溶液 0.10 mL を内径 10 mm，長さ 100 mm の小試験管に正確に量り，これにあらかじめ同じ温度に保ったフィブリノーゲン溶液 0.90 mL をピペットを用いて吹き込み，同時に秒時計を動かし，穏やかに振り混ぜながら，最初にフィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．4 種の標準溶液につき，それぞれ 5 回ずつ測定を行い平均値を求める．ただし，5 回の測定で，最大と最小との差が平均値の 10 % 以上のときは，実験をやり直す．

標準溶液の濃度は，凝固時間が 14 ～ 60 秒の範囲内で適当に変えてよい．測定は前記と同じ温度で行う．次に本品 1 容器中の全内容物の質量を精密に量り，これを生理食塩液に溶かし，1 mL につき，約 5 単位を含む液を製し，その 0.10 mL を用いて前記の操作を 5 回行い，凝固時間を測定し，平均値を求める．両対数グラフの横軸に単位を，縦軸に凝固時間をとり，4 種の標準溶液による凝固時間の平均値をグラフ上にとり，検量線を作成する．この検量線を用いて試料溶液の凝固時間の平均値から単位数 U を読みとる．

本品 1 容器中の単位数 = $U \times 10 \times V$

V：本品 1 容器中の内容物を溶かした mL 数

別に内容物 1 mg 当たりの単位数を算出する．

貯　法

保存条件　10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 36 箇月．

豚脂

Lard

ADEPS SUILLUS

本品はブタ *Sus scrofa* Linné var. *domesticus* Gray（*Suidae*）の脂肪である．

性　状　本品は白色の柔らかいなめらかな塊で，わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：36 ～ 42 ℃

脂肪酸の凝固点：36 ～ 42 ℃

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　195 ～ 203

ヨウ素価〈*1.13*〉　46 ～ 70

純度試験

（1）　水分及び着色度　本品 5 g を水浴上で加熱して溶かすとき，液は澄明で，水分を分離析出しない．また，この液を 10 mm の層として観察するとき，無色～わずかに黄色である．

（2）　アルカリ　本品 2.0 g に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，強く振り混ぜる．冷後，分離した水液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物　本品 1.5 g にエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液 20 mL に硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加えるとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とし，硝酸銀のエタノール（95）溶液（1 → 50）5 滴を加える．

（4）　牛脂　本品 5 g をジエチルエーテル 20 mL に溶かし，脱脂綿でゆるく栓をして 20 ℃ で 18 時間放置し，析出する結晶をとり，エタノール（95）に浸し，200 倍で鏡検するとき，ひし形板状の結晶が不規則に集まったものを認めても，柱状又は針状の結晶が扇形に集まったものを認めない．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密閉容器．

ナイスタチン

Nystatin

本品は，*Streptomyces noursei* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 4600 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ナイスタチン（$C_{47}H_{75}NO_{17}$：926.09）としての量を単位で示し，その 1 単位はナイスタチン（$C_{47}H_{75}NO_{17}$）0.27 μg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の粉末である．

本品はホルムアミドにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 1 mg をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，2 分間加熱した後，冷却する．この液に 4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液（1 → 200）3 mL 及び塩酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品 10 mg をとり，薄めたメタノール（4 → 5）/水酸化ナトリウム試液混液（200：1）50.25 mL を加え，50 ℃ 以下で加温して溶かし，更に薄めたメタノール（4 → 5）を加えて 500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はナイスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（0.3 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Saccharomyces cerevisiae* ATCC 9763 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 2）を用いる．

（iii）　標準溶液　遮光した容器を用いて調製する．ナイスタチン標準品を 40 ℃ で 2 時間減圧（0.67 kPa 以下）乾燥し，その約 60000 単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1 mL 中に 3000 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，3 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 300 単位及び 150 単

位を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　遮光した容器を用いて調製する．本品約 60000 単位に対応する量を精密に量り，ホルムアミドに溶かし，1 mL 中に 3000 単位を含む液を調製し，試料原液とする．試料原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 300 単位及び 150 単位を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

ナタネ油

Rape Seed Oil

OLEUM RAPAE

菜種油

本品はナタネナ *Brassica campestris* Linné subsp. *napus* Hooker fil. et Anderson var. *nippo-oleifera* Makino （*Cruciferae*）の種子から得た脂肪油である．

性　状　本品は微黄色澄明のやや粘性の油で，においはないか又はわずかににおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

比重　d^{25}_{25}：0.906 ～ 0.920

酸　価〈*1.13*〉　0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉　169 ～ 195

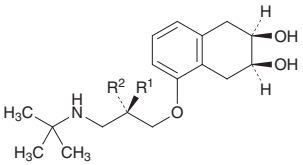
不けん化物〈*1.13*〉　1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉　95 ～ 127

貯　法　容　　器　気密容器．

ナドロール

Nadolol



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{27}NO_4$：309.40

R^1＝OH，R^2＝H

(2*RS*, 3*SR*)-5-{(2*RS*)-3-[(1, 1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1, 2, 3, 4-tetrahydronaphthalene-2, 3-diol

R^1＝H，R^2＝OH

(2*RS*, 3*SR*)-5-{(2*SR*)-3-[(1, 1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-1, 2, 3, 4-tetrahydronaphthalene-2, 3-diol

[*42200-33-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ナドロール（$C_{17}H_{27}NO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄褐白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 137 ℃

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1585 cm^{-1}，1460 cm^{-1}，1092 cm^{-1}，935 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.5 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び対照液としてメタノール/クロロホルム混液（1：1）100 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板に，原線に沿って約 10 mm の間隔で，それぞれ長さ 25 mm にスポットする．次にアセトン/クロロホルム/薄めたアンモニア試液（1 → 3）混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し，試料溶液の主スポット及び主スポット以外のスポットの位置を確認する．次に試料溶液の主スポット部分及び主スポット以外のスポット部分のシリカゲルをかきとり，主スポット部分にはエタノール（95）30 mL，主スポット以外のスポット部分にはエタノール（95）10 mL を正確に加えて 60 分間振り混ぜた後，遠心分離する．これらの上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，波長 278 nm における吸光度を測定する．別に対照液の試料溶液の主スポットに対応する部分及び主スポット以外のスポット部分に対応する部分をそれぞれかきとり，以下同様に操作し空試験を行い，補正する．次式により類縁物質の量を計算するとき，その量は 2.0 % 以下である．

$$\text{類縁物質の量（\%）} = \{A_b / (A_b + 3A_a)\} \times 100$$

A_a：補正した主スポット部分から得られた吸光度

A_b：補正した主スポット以外のスポット部分から得られた吸光度

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

異性体比　本品 0.01 g をとり，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により，波数 1585 cm^{-1} 付近の吸収帯の透過率が 25 ～ 30 % の範囲になるように調製し，1600 ～ 1100 cm^{-1} における赤外吸収スペクトルを測定する．得

られた赤外吸収スペクトルから波数 1265 cm^{-1} 付近（ラセミ体 A）及び 1250 cm^{-1} 付近（ラセミ体 B）における透過率 T_{1265} 及び T_{1250} を読み取り，それぞれの吸光度 A_{1265} 及び A_{1250} を求めるとき，A_{1265}/A_{1250} は 0.72 ～ 1.08 である．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.28 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.94 mg $C_{17}H_{27}NO_4$

貯 法

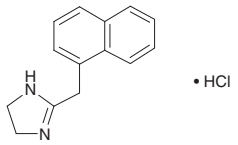
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナファゾリン塩酸塩

Naphazoline Hydrochloride

塩酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$：246.74

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monohydrochloride ［*550-99-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン塩酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：255 ～ 260 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に臭素試液 5 mL を加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）30 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を 80 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 117 ～ 120 ℃ である．

（3） （2）の残留物 0.02 g に希塩酸 2 ～ 3 滴及び水 5 mL を加えて溶かし，ライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，赤紫色の結晶性の沈殿を生じる．

（4） 本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.67 mg $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$

貯 法

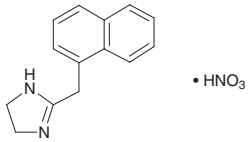
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナファゾリン硝酸塩

Naphazoline Nitrate

硝酸ナファゾリン



$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$：273.29

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1*H*-imidazole mononitrate ［*5144-52-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に臭素試液 5 mL を加えて煮沸するとき，液は濃紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）20 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，空気を送りながら蒸発乾固する．残留物を 80 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 117 ～ 120 ℃ である．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

融 点〈*2.60*〉 167 ～ 170 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.33 mg $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナファゾリン・クロルフェニラミン液

Naphazoline and Chlorpheniramine Solution

本品は定量するとき，ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$：273.29）0.045 ～ 0.055 w/v% 及びクロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$：390.86）0.09 ～ 0.11 w/v% を含む．

製 法

ナファゾリン硝酸塩	0.5 g
クロルフェニラミンマレイン酸塩	1 g
クロロブタノール	2 g
グリセリン	50 mL
精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1） 本品 20 mL に水酸化カリウム溶液（7 → 10）2 mL 及びピリジン 5 mL を加え，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，液は赤色を呈する（クロロブタノール）．

（2） 本品 10 mL を共栓試験管にとり，エタノール（95）10 mL，水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（Ⅱ）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加え，振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（3） 本品 20 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層を分取する．この液 5 mL をとり，溶媒を留去し，残留物をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 0.01 g ずつをそれぞれメタノール 10 mL 及び 5 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アセトン/アンモニア水（28）混液（73：15：10：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポット並びにそれらに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，だいだい色を呈する．

定 量 法 本品 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に 105 ℃ で 2 時間乾燥した定量用硝酸ナファゾリン約 50 mg 及び 105 ℃ で 3 時間乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩標準品約 0.1 g をそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク高さに対する硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩のピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対する硝酸ナファゾリン及びクロルフェニラミンマレイン酸塩のピーク高さの比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ナファゾリン硝酸塩（$C_{14}H_{14}N_2 \cdot HNO_3$）の量（mg）

$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 25)$

クロルフェニラミンマレイン酸塩（$C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 25)$

W_{Sa}：定量用硝酸ナファゾリンの秤取量（mg）

W_{Sb}：クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 エテンザミドのメタノール溶液（1 → 1000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めたリン酸（1 → 1000）溶液（1 → 500）混液（1：1）

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ナファゾリン，クロルフェニラミンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

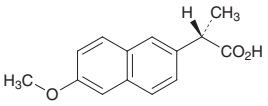
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ナプロキセン

Naproxen



$C_{14}H_{14}O_3$：230.26

(2*S*)−2−(6−Methoxynaphthalen−2−yl)propanoic acid

［*22204−53−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナプロキセン（$C_{14}H_{14}O_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はクロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし，水 5 mL を加えた後，ヨウ化カリウム試液 2 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色～黄褐色を呈する．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は淡赤紫色を呈する．

（2）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 300）1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び *N*,*N*′−ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{25}_{D}$：+63.0 ～ +68.5°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　154 ～ 158 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 2.0 g をアセトン 20 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.070 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をエタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/ジクロロメタン/テトラヒドロフラン/酢酸（100）混液（50：30：17：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，薄めたメタノール（4 → 5）100 mL を加え，必要ならば穏やかに加温して溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 23.03 mg $C_{14}H_{14}O_3$

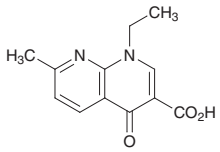
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ナリジクス酸

Nalidixic Acid



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

1−Ethyl−7−methyl−4−oxo−1,4−dihydro−1,8−naphthyridine−3−carboxylic acid ［*389−08−2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ナリジクス酸（$C_{12}H_{12}N_2O_3$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 225 ～ 231 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 50 mL を加え，70 ℃ で 5 分間加温した後，急冷してろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える（0.012 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 20 mg を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かす．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のナリジクス酸以外のピーク面積は，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のナリジクス酸以外のピークの合計面積は標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 6.24 g を水 950 mL に溶かし，リン酸を加えて pH 2.8 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：ナリジクス酸の保持時間が約 19 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナリジクス酸の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たナリジクス酸のピーク面積が，標準溶液のナリジクス酸のピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル 25 mg を水/メタノール混液（1：1）100 mL に溶かした液 1 mL に，水を加えて 10 mL とする．この液 5 mL に標準溶液 5 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ナリジクス酸の順に溶出し，その分離度は 13 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ナリジクス酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に水/メタノール混液（89：11）13 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

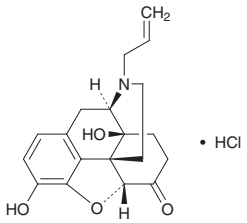
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯 法 容　器　気密容器．

ナロキソン塩酸塩

Naloxone Hydrochloride

塩酸ナロキソン



$C_{19}H_{21}NO_4$・HCl：363.84

(5*R*,14*S*)-17-Allyl-4,5-epoxy-3,14-dihydroxymorphinan-6-one monohydrochloride ［*357-08-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ナロキソン塩酸塩（$C_{19}H_{21}NO_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は，塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{25}$：－170 ～ －181°（乾燥物に換算したもの 0.25 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5～ 5.5 である．

純度試験　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品 0.08 g をメタノール 10 mL に溶か

し，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア飽和 1-ブタノール試液/メタノール混液（20：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下〔0.1 g，105 ℃，5 時間，放冷にはデシケーター（酸化リン（Ⅴ））を用いる〕．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸 80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 36.38 mg $C_{19}H_{21}NO_4 \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

吸水軟膏
Absorptive Ointment

製 法

白色ワセリン	400 g
セタノール	100 g
サラシミツロウ	50 g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	50 g
ラウロマクロゴール	5 g
パラオキシ安息香酸エチル 又はパラオキシ安息香酸メチル	1 g
パラオキシ安息香酸ブチル 又はパラオキシ安息香酸プロピル	1 g
精製水	適量
全 量	1000 g

本品は「白色ワセリン」，「セタノール」，「サラシミツロウ」，「ソルビタンセスキオレイン酸エステル」及び「ラウロマクロゴール」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜて約 75 ℃ に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸エチル」又は「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸ブチル」又は「パラオキシ安息香酸プロピル」を「精製水」に加え，80 ℃ に加温して溶かした液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性 状 本品は白色で光沢があり，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

親水軟膏
Hydrophilic Ointment

製 法

白色ワセリン	250 g
ステアリルアルコール	200 g
プロピレングリコール	120 g
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60	40 g
モノステアリン酸グリセリン	10 g
パラオキシ安息香酸メチル	1 g
パラオキシ安息香酸プロピル	1 g
精製水	適 量
全 量	1000 g

本品は「白色ワセリン」，「ステアリルアルコール」，ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 60 及び「モノステアリン酸グリセリン」をとり，水浴上で加熱して溶かし，かき混ぜ，約 75 ℃ に保ち，これにあらかじめ「パラオキシ安息香酸メチル」及び「パラオキシ安息香酸プロピル」を「プロピレングリコール」に加え，必要ならば加温して溶かし，「精製水」に加えて約 75 ℃ に加温した液を加え，かき混ぜて乳液とした後，冷却し，固まるまでよくかき混ぜて製する．

性 状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

白色軟膏
White Ointment

製 法

サラシミツロウ	50 g
ソルビタンセスキオレイン酸エステル	20 g
白色ワセリン	適 量
全 量	1000 g

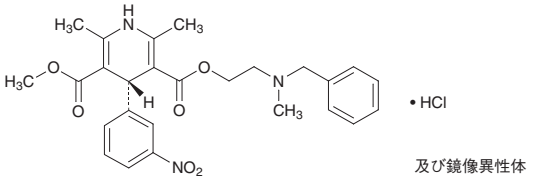
以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

貯 法 容 器 気密容器．

ニカルジピン塩酸塩

Nicardipine Hydrochloride
塩酸ニカルジピン



$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99
2-[Benzyl(methyl)amino]ethyl methyl (4*RS*)-
2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-
3,5-dicarboxylate monohydrochloride [*54527-84-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品はわずかに緑みを帯びた黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又は無水酢酸に溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.02 g に水 10 mL 及び硝酸 3 mL を加えて溶かした液は，塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　167 ～ 171 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸溶液（43 → 50000）/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ニカルジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びニフェジピン 2 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，ニフェジピンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 0.9 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 51.60 mg $C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ニカルジピン塩酸塩注射液

Nicardipine Hydrochloride Injection
塩酸ニカルジピン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl：515.99）を含む．

製　法　本品は「ニカルジピン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験　本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」1 mg に対応する容量をとり，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 235 ～ 239 nm 及び 351 ～ 355 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉 3.0 ～ 4.5

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の表示量に従い「ニカルジピン塩酸塩」5 mg に対応する容量を量り，移動相を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニカルジピン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積より大きくない．また，各々のピークの合計面積は，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニカルジピンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニカルジピンのピーク面積が，標準溶液のニカルジピンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ニカルジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉 8.33 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ニカルジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニカルジピン塩酸塩（$C_{26}H_{29}N_3O_6$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ニカルジピンの秤取量（mg）

内標準溶液 フタル酸ジ-*n*-ブチルのメタノール溶液（1 → 625）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 320 mL にメタノール 680 mL を加える．

流量：ニカルジピンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニカルジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニカルジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

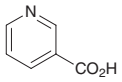
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ニコチン酸

Nicotinic Acid



$C_6H_5NO_2$：123.11

Pyridine-3-carboxylic acid ［59-67-6］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

融 点〈2.60〉 234 ～ 238 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に希塩酸 3 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（4） ニトロ化合物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 8 mL 及び水を加えて溶かし 20 mL とするとき，液の色は色の比較液 A より濃くない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 12.31 mg $C_6H_5NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

ニコチン酸注射液

Nicotinic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 110 % に対応するニコチン酸（$C_6H_5NO_2$：123.11）を含む．

製 法 本品は「ニコチン酸」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加えることができる．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ニコチン酸」0.1 g に対応する容量をとり，希塩酸 0.3 mL を加えた後，水浴上で濃縮して 2 mL とする．冷後，析出した結晶をろ取し，少量の氷冷した水で，洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 234 ～ 238 ℃ である．また，このものにつき，「ニコチン酸」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の乾燥した結晶 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 263 nm に吸収の極大を示し，235 ～ 239 nm に吸収の極小を示す．また，この液の吸収極大の波長における吸光度を A_1，吸収極小の波長における吸光度を A_2 とするとき，A_2/A_1 は 0.35 ～ 0.39 である．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にニコチン酸標準品を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$）の量（mg） ＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ニコチン酸標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 カフェインの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液（4：1）に溶かし，1000 mL とする．

流量：カフェインの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

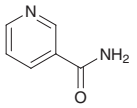
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

ニコチン酸アミド

Nicotinamide



$C_6H_6N_2O$：122.12

Pyridine-3-carboxamide ［98-92-0］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコチン酸アミド（$C_6H_6N_2O$）98.5 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は

赤色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，注意して煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（3） 本品 0.02 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニコチン酸アミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.5 である．

融 点〈2.60〉 128 ～ 131 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.20 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びニコチン酸アミド標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 3 mL に溶かした後，それぞれに移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 8 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニコチン酸アミド（$C_6H_6N_2O$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥したニコチン酸アミド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 ニコチン酸溶液（1 → 1250）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 700 mL にメタノール 300 mL を加える．

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

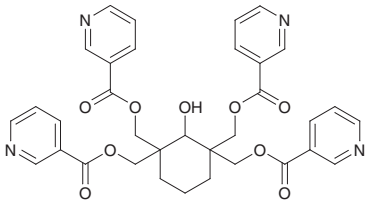
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸，ニコチン酸アミドの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニコチン酸アミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ニコモール

Nicomol



$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64

(2-Hydroxycyclohexane-1,1,3,3-tetrayl)tetramethyl tetranicotinate ［27959-26-8］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.02 g を混ぜ，希エタノール 2 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を希塩酸 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 181 ～ 185 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過し，ろ液 25 mL に 0.01

mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 0.6 g を希硝酸 15 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/エタノール（95)/アセトニトリル/酢酸エチル混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 80.08 mg $C_{34}H_{32}N_4O_9$

貯 法 容 器 気密容器．

ニコモール錠
Nicomol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$：640.64）を含む．

製 法 本品は「ニコモール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニコモール」0.5 g に対応する量をとり，クロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ニコモール」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，溶出試験第 1 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$

W_S：定量用ニコモールの秤取量（mg）
C：1 錠中のニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）の表示量（mg）

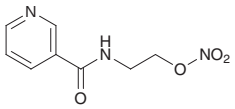
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）約 1 g に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え，よく振り混ぜ，水を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 50 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニコモールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，1 mol/L 塩酸試液 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニコモール（$C_{34}H_{32}N_4O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / 2)$

W_S：定量用ニコモールの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

ニコランジル
Nicorandil



$C_8H_9N_3O_4$：211.17
N-[2-(Nitrooxy)ethyl]pyridine-3-carboxamide
[*65141-46-0*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ニコランジル（$C_8H_9N_3O_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶である．

本品はメタノール，エタノール（99.5），酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい．

融点：約 92 ℃（分解）．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g を希エタノール 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，希エタノール 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.010 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ニコランジルに対する相対保持時間が約 0.86 の *N*−(2−ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステルのピーク面積はニコランジルのピーク面積の 0.5 % 以下，それ以外のそれぞれのピークの面積は 0.1 % 未満，ニコランジル及び *N*−(2−ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル以外のピークの合計面積は全ピーク面積の 0.25 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/トリエチルアミン/トリフルオロ酢酸混液（982：10：5：3）

流量：ニコランジルの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニコランジルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 500 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たニコランジルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニコランジルのピーク面積の 2 ～ 8 % になることを確認する．

システムの性能：*N*−(2−ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル 10 mg を移動相に溶かし，100 mL とする．この液 1 mL をとり，試料溶液 10 mL を加えた液につき，上記の条件で操作するとき，*N*−(2−ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル，ニコランジルの順に溶出し，その分離度は 3.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニコランジルのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

水 分〈2.48〉 0.1 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 21.12 mg $C_8H_9N_3O_4$

貯 法

保存条件 2 ～ 8 ℃ で保存する．

容 器 気密容器．

二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO_2：44.01

本品は定量するとき，二酸化炭素（CO_2）99.5 vol% 以上を含む．

性 状 本品は室温，大気圧下においては無色のガスで，においはない．

本品 1 mL は水 1 mL に溶け，微酸性である．

本品 1000 mL は温度 0 ℃，気圧 101.3 kPa で約 1.978 g である．

確認試験

（1） 本品に燃えている木片を入れるとき，直ちに消える．

（2） 本品を水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿を分取し，酢酸（31）を加えるとき，泡立って溶ける．

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間，18 ～ 22 ℃ に保った後，20 ℃ で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする．

（1） 酸 新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ，口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し，本品 1000 mL を 15 分間で通じた後，メチルオレンジ試液 0.10 mL を加えるとき，液の赤色は次の比較液より濃くない．

比較液：新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ，メチルオレンジ試液 0.10 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える．

（2） リン化水素，硫化水素及び有機還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ硝酸銀・アンモニア試液 25 mL 及びアンモニア試液 3 mL を加え，A 液及び B 液とする．A 液に本品 1000 mL を（1）と同様の方法で通じるとき，A 液の混濁又は着色は B 液のものと同じである．

（3） 一酸化炭素 本品 5.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行うとき，一酸化炭素の流出位置にピークを認めない．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL 及び空気 0.1 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて 100 mL とし，よく混合する．その 5.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，一酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する．

（4） 酸素及び窒素　本品 1.0 mL を，減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取し，このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，空気のピーク面積 A_T を求める．別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし，よく混合して標準混合ガスとする．その 1.0 mL につき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積 A_S を求めるとき，A_T は A_S より大きくない．また，そのほかにピークを認めない．

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m の管に 300 ～ 500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する．その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，窒素，二酸化炭素の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：標準混合ガス 1.0 mL から得た窒素のピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する．

定 量 法　本品の採取には純度試験を準用する．適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液（1 → 2）125 mL を入れる．次に本品約 100 mL を水を満たした約 100 mL のガスビュレット中に精密に量り，これをガスピペットに移し，5 分間振り混ぜる．吸収されずに残るガスを時々ガスビュレットに戻し，その容量を量りながらこの操作を繰り返す．吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき，その容量を量り，V（mL）とする．V の採取量を 20 ℃ で，気圧 101.3 kPa の容量に換算する．

二酸化炭素（CO_2）の量（mL）

＝ 試料の採取量換算値（mL）－ V の換算値（mL）

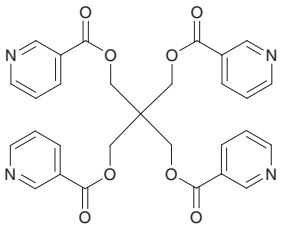
貯　法

保存条件　40 ℃ 以下で保存する．

容　　器　耐圧金属製密封容器．

ニセリトロール

Niceritrol



$C_{29}H_{24}N_4O_8$：556.52

Pentaerythritol tetranicotinate

［*5868-05-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセリトロール（$C_{29}H_{24}N_4O_8$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い．本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　162 ～ 165 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 70 ℃ で 20 分間加温する．冷後，ろ過し，ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を用いる（2 ppm 以下）．

（4） ピリジン　本品 0.5 g を，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に

ピリジン約 0.1 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 0.5 mL を正確に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク面積を測定するとき，試料溶液のピリジンのピーク面積は標準溶液のピリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m のガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を酸処理及びシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ピリジンの保持時間が約 2 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピリジンのピークの理論段数は 1500 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピリジンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

（5） 遊離酸　本品約 1 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，クロロホルム 20 mL に溶かし，水 20 mL，次に 10 mL でよく振り混ぜて抽出する．全抽出液を合わせ，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．次の式によって計算するとき，ニコチン酸（$C_6H_5NO_2$：123.11）に換算した遊離酸の量は 0.1 % 以下である．

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 1.231 mg $C_6H_5NO_2$

（6） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

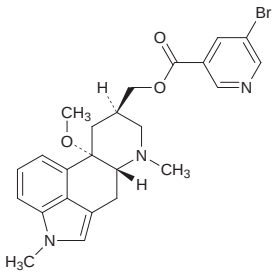
定 量 法　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え，二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を付け，20 分間穏やかに煮沸する．冷後，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行う．

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 69.57 mg $C_{29}H_{24}N_4O_8$

貯 法 容 器　密閉容器．

ニセルゴリン

Nicergoline



$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39

［(8*R*,10*S*)−10−Methoxy−1,6−dimethylergolin−8−yl］methyl 5−bromopyridine−3−carboxylate

［*27848−84−6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，エタノール（99.5）又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に淡褐色となる．

融点：約 136 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋5.2 ～ ＋6.2°（乾燥後，0.5 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 25 mg をアセトニトリル 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつ

を正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のニセルゴリンのピークに対する相対保持時間約 0.5 の類縁物質のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．また，試料溶液のニセルゴリン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 2.5 倍より大きくなく，ピーク面積が標準溶液のニセルゴリンのピーク面積より大きいものは 2 個以下である．更に試料溶液のニセルゴリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のニセルゴリンのピーク面積の 7.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加えて pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．

流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ニトロベンゼン 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ニュートラルレッド試液 10 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.22 mg $C_{24}H_{26}BrN_3O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ニセルゴリン散

Nicergoline Powder

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39）を含む．

製 法 本品は「ニセルゴリン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「ニセルゴリン」10 mg に対応する量をとり，薄めたエタノール（4 → 5）20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離する．上澄液 2 mL に，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 226 ～ 230 nm 及び 286 ～ 290 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 定量法で得た試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：定量法で得た標準溶液 1 mL にアセトニトリル/水混液（17：3）を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉 分包したものは質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 225 nm における吸光度

A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 250 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の表示量に対する溶出率（%）
$= (W_S / W_T) \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の表示量（mg）

粒　度〈6.03〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．
流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ニセルゴリン錠
Nicergoline Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$：484.39）を含む．

製　法　本品は「ニセルゴリン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニセルゴリン」10 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 2 mL に，エタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 226 ～ 230 nm 及び 286 ～ 290 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　定量法で得た試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ニセルゴリン以外のピークの合計量は 2.0 % 以下である．

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：溶媒のピークの後からニセルゴリンの保持時間の約 2 倍の範囲
システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：定量法で得た標準溶液 1 mL にアセトニトリル/水混液（17：3）を加えて 50 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たニセルゴリンのピーク面積の 3 ～ 7 % になることを確認する．
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたエタノール（4 → 5）25 mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，5 分間振り混ぜる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，薄めたエタノール（4 → 5）25 mL を正確に加えて溶かす．この液 4 mL を正確に量り，薄めたエタノール（4 → 5）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 288 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 340 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量 （mg）
$= W_S \times \{(A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2})\} \times (1/2)$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ニセルゴリンを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（17：3）20 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のニセルゴリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ニセルゴリン（$C_{24}H_{26}BrN_3O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ニセルゴリンの秤取量（mg）

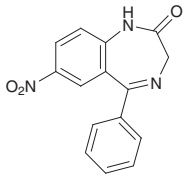
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にトリエチルアミンを加え，pH 7.0 に調整する．この液 350 mL にメタノール 350 mL 及びアセトニトリル 300 mL を加える．
流量：ニセルゴリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニセルゴリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 8000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニセルゴリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ニトラゼパム

Nitrazepam



$C_{15}H_{11}N_3O_3$：281.27
7-Nitro-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one
［*146-22-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトラゼパム（$C_{15}H_{11}N_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はエタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 500）3 mL に水酸化ナトリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） （2）のろ液 0.5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，ニンヒドリン試液 2 mL を加えて水浴上で加熱するとき，液は紫色を呈する．

（4） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をアセトン 20 mL に溶かすとき，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にニトロメタン/酢酸エチル混液（17：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線

（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.13 mg $C_{15}H_{11}N_3O_3$

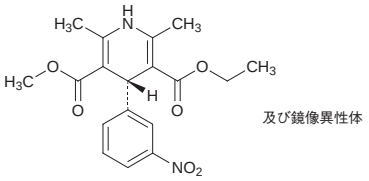
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ニトレンジピン

Nitrendipine



$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36

3-Ethyl 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

［*39562-70-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に帯褐黄色となる．

本品のアセトニトリル溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 80000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 157 ～ 161 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本操作は，遮光した容器を用いて速やかに行う．本品 40 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，次式により類縁物質の量を求めるとき，ニトレンジピンに対する相対保持時間約 0.8 の類縁物質は 1.0 % 以下であり，ニトレンジピンに対する相対保持時間約 1.3 の類縁物質は 0.25 % 以下であり，その他の個々の類縁物質はそれぞれ 0.2 % 以下である．また，ニトレンジピン以外の類縁物質の合計量は 2.0 % 以下である．

類縁物質の量（%）= A_T / A_S

A_T：試料溶液から得たニトレンジピン以外の各々のピーク面積

A_S：標準溶液から得たニトレンジピンのピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニトレンジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たニトレンジピンのピーク面積が標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

システムの性能：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし，移動相を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 100）60 mL に溶かし，水 50 mL を加え，0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液で滴定〈2.50〉する（指示薬：1,10-フェナントロリン試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤だいだい色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）液 1 mL
= 18.02 mg $C_{18}H_{20}N_2O_6$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ニトレンジピン錠
Nitrendipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$：360.36）を含む．

製　法　本品は「ニトレンジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ニトレンジピン」5 mg に対応する量をとり，メタノール 70 mL を加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL にメタノールを加えて 20 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 234 ～ 238 nm 及び 350 ～ 354 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品 1 個をとり，薄めたアセトニトリル（4 → 5）15 mL を加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に 10 分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて正確に 20 mL とし，遠心分離する．ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 1 mg に対応する容量の上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / V) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル（4 → 5）溶液（1 → 10000）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本操作は，遮光した容器を用いて行う．試験液として，5 mg 錠にはポリソルベート 80　3 g に水を加えて 5000 mL とした液を，10 mg 錠にはポリソルベート 80　3 g に水を加えて 2000 mL とした液を用いる．本品 1 個をとり，試験液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 5.6 μg を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のニトレンジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）
C：1 錠中のニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の表示量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：356 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）
流量：ニトレンジピンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニトレンジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本操作は，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個をとり，薄めたアセトニトリル（4 → 5）150 mL を加え，錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，更に 10 分間かき混ぜる．次に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）約 2 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ニトレンジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，薄めたアセトニトリル（4 → 5）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたアセトニトリル（4 → 5）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニトレンジピン（$C_{18}H_{20}N_2O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用ニトレンジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたアセトニトリル（4 → 5）溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液（14：6：5）

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニトレンジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ニトログリセリン錠

Nitroglycerin Tablets

本品は定量するとき，表示量の 80 ～ 120 % に対応するニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$：227.09）を含む．

製　法　本品はニトログリセリンをとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）6 mg に対応する量をとり，ジエチルエーテル 12 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物を硫酸 1 ～ 2 滴に溶かし，ジフェニルアミン試液 1 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2）（1）の試料溶液 5 mL をとり，ジエチルエーテルを蒸発させ，残留物に水酸化ナトリウム試液 5 滴を加え，小さい炎の上で加熱し，約 0.1 mL に濃縮する．冷後，残留物に硫酸水素カリウム 0.02 g を加えて加熱するとき，アクロレインのにおいを発する．

純度試験　遊離硝酸イオン　本品を粉末とし，表示量に従いニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）20 mg に対応する量を精密に分液漏斗にとり，イソプロピルエーテル 40 mL 及び水 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，水層を分取する．この液にイソプロピルエーテル 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，水層を分取してろ過し，試料溶液とする．別に硝酸標準液 10 mL を分液漏斗にとり，水 30 mL 及び試料溶液の調製に用いた初めのイソプロピルエーテル層 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜ，以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつをそれぞれ別のネスラー管にとり，水 30 mL 及びグリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ，30 分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，1 mL 中にニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 30 μg を含む液となるように酢酸（100）V mL を正確に加え，1 時間激しく振り混ぜ，錠剤を崩壊させた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．もし，この方法で錠剤が崩壊しないときは，本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，酢酸（100）0.05 mL を加えて潤し，ガラス棒ですりつぶした後，ガラス棒を洗いながら 1 mL 中にニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 30 μg を含む液となるように酢酸（100）を加えて正確に V mL とし，1 時間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ，15 分間放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 2000) \times 0.7487$$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

試料 10 個の個々の含量から平均含量を計算するとき，その値と個々の含量との偏差（%）が 25 % 以下のときは適合とする．また，偏差が 25 % を超え，30 % 以下のものが 1 個のときは，更に試料 20 個について試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均含量と個々の含量との偏差（%）を計算するとき，25 % を超え 30 % 以下のものが 1 個以下で，かつ 30 % を超えるものがないときは適合とする．

崩 壊 性〈6.09〉　試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は 2 分間とし，補助盤は用いない．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，軽く圧して崩壊させる．ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）約 3.5 mg に対応する量を精密に量り，酢酸（100）50 mL を正確に加え，1 時間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ，15 分間

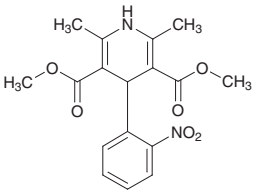
放置した後，水 10 mL を加え，氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）約 12 mL を加えてアルカリ性とし，水を加えて正確に 50 mL とする．これらの液につき，酢酸（100）2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ニトログリセリン（$C_3H_5N_3O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20) \times 0.7487$

W_S：硝酸カリウムの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して，20 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

ニフェジピン
Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$：346.33
Dimethyl 2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate ［*21829-25-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ニフェジピン（$C_{17}H_{18}N_2O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．
本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品は光によって変化する．

確認試験
（1）　本品 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，塩酸 5 mL 及び亜鉛粉末 2 g を加え，5 分間放置した後，ろ過する．ろ液につき，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を行うとき，液は赤紫色を呈する．
（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　172 ～ 175 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 0.5 g をアセトン 5 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．
（2）　塩化物〈1.03〉　本品 2.5 g に希酢酸 12 mL 及び水 13 mL を加え，沸騰するまで加熱する．冷後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．
（3）　硫酸塩〈1.14〉　（2）のろ液 4 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える（0.054 % 以下）．
（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（5）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（6）　塩基性物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 5.0 g にアセトン/酢酸（100）混液（5：3）80 mL を加えて溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.02 mol/L 過塩素酸の消費量は 1.9 mL 以下である．
（7）　2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.15 g をとり，ジクロロメタンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル 10 mg をとり，ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液（3：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.12 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 350 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ニフェジピン（$C_{17}H_{18}N_2O_6$）の量（mg）
$= (A / 142.3) \times 40000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

日本脳炎ワクチン
Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の日本脳炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は無色の澄明又はわずかに白濁した液である．

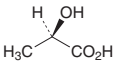
乾燥日本脳炎ワクチン
Freeze-dried Japanese Encephalitis Vaccine

本品は不活化した日本脳炎ウイルスを含む用時溶解して用いる注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の乾燥日本脳炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

乳酸
Lactic Acid



及び鏡像異性体

$C_3H_6O_3$：90.08

(2*RS*)-2-Hydroxypropanoic acid　［*50-21-5*］

本品は乳酸及び無水乳酸の混合物である．

本品は定量するとき，乳酸（$C_3H_6O_3$）85.0 ～ 92.0 % を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはないか，又はわずかに不快でないにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する．

本品は吸湿性である．

比重　d_{20}^{20}：約 1.20

確認試験　本品の水溶液（1 → 50）は青色リトマス紙を赤変し，この液は乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g に水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液が微赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品 4.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5）　糖類　本品 1.0 g に水 10 mL を加え，水酸化ナトリウム試液を加えて中性とし，フェーリング試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じない．

（6）　クエン酸，シュウ酸，リン酸又は酒石酸　本品 1.0 g に水 1.0 mL を加え，更に水酸化カルシウム試液 40 mL を加え，2 分間煮沸するとき，液は変化しない．

（7）　グリセリン又はマンニトール　本品 10 mL にジエチルエーテル 12 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁しない．

（8）　揮発性脂肪酸　本品を加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

（9）　シアン化物　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，振り混ぜながら液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）を滴加し，更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1.5 mL 及び水を加えて 20 mL とした後，水浴中で 10 分間加熱する．冷後，液の紅色が消えるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸 1 滴を加え，次いで pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 10 mL 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 0.25 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和し，5 分間放置する．これにピリジン・ピラゾロン試液 15 mL 及び水を加えて 50 mL とし，25 ℃ で 30 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：シアン標準液 1.0 mL を正確に量り，水を加えて 20 mL とする．この液 1.0 mL をネスラー管にとり，水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，以下同様に操作する．

(10)　硫酸呈色物　あらかじめ 15 ℃ にした本品 5 mL をあらかじめ 15 ℃ にした硫酸呈色物用硫酸 5 mL に徐々に層積し，15 ℃ で 15 分間放置するとき，境界面に暗色の輪帯を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 3 g を三角フラスコ中に精密に量り，正確に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を加え，時計皿で覆い，10 分間水浴上で加熱し，直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

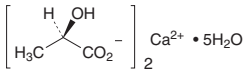
1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 90.08 mg $C_3H_6O_3$

貯 法 容　器　気密容器．

乳酸カルシウム水和物

Calcium Lactate Hydrate

乳酸カルシウム



及び鏡像異性体

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot 5H_2O$：308.29

Monocalcium bis[(2*RS*)-2-hydroxypropanoate] pentahydrate [*63690-56-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，乳酸カルシウム（$C_6H_{10}CaO_6$：218.22）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに酸味がある．

本品 1 g は水 20 mL に徐々に溶け，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は常温でやや風解し，120 ℃ で無水物となる．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はカルシウム塩及び乳酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　（1）の溶液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 30 mL 及び希酢酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし，塩化アンモニウム 0.5 g を加えて煮沸し，シュウ酸アンモニウム試液 20 mL を加え，水浴上で 1 時間加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し，恒量になるまで 450 ～ 550 ℃ で強熱するとき，残留物は 5 mg 以下である．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g に水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かす．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

（6）　揮発性脂肪酸　本品 1.0 g に硫酸 2 mL を加えて加温するとき，酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない．

乾燥減量〈*2.41*〉　25.0 ～ 30.0 %（1 g，初め 80 ℃ で 1 時間，次に 120 ℃ で 4 時間）．

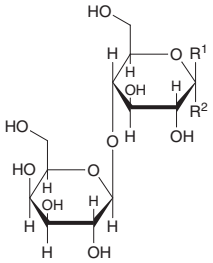
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水を加えて水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水 80 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.5 mL を加えて 3 ～ 5 分間放置した後，NN 指示薬 0.1 g を加え，直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が青色に変わるときとする．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL ＝ 4.364 mg $C_6H_{10}CaO_6$

貯 法 容 器　気密容器．

無水乳糖

Anhydrous Lactose



α-乳糖：R^1=H, R^2=OH
β-乳糖：R^1=OH, R^2=H

$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-*β*-D-glucopyranose (*β*-lactose)

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-*α*-D-glucopyranose (*α*-lactose)

[*63-42-3*，無水乳糖]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は *β*-乳糖又は *β*-乳糖と *α*-乳糖の混合物である．

本品の *α*，*β*-異性体比より決定した *α*，*β*-乳糖含有率を表示する．

◆**性　状**　本品は白色の結晶又は粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆無水乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔*α*〕$^{20}_{D}$：＋54.4 ～ ＋55.9 °　本品の換算した脱水物約 10 g に相当する量を精密に量り，50 ℃ に加温した水 80 mL に溶かした後，放冷する．冷却後，アンモニア試液 0.2 mL を加え 30 分間放置する．次に水で正確に 100 mL とし，この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.04 以下である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 6 g を新たに煮沸し冷却した水 25 mL に加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン

試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色である．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．◆

（4） たん白質及び光吸収物質 本品 1.0 g をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 210 ～ 220 nm における吸光度は 0.25 以下，270 ～ 300 nm における吸光度は 0.07 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，2 時間）．

水 分〈2.48〉 1.0 % 以下（1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液（2：1）を用いる）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

◆**微生物限度**〈4.05〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない．◆

異性体比 本品 1 mg を 5 mL のガスクロマトグラフィー用スクリューカップ付き反応バイアルにとり，ジメチルスルホキシド 0.45 mL を加え，栓をしてよく振り混ぜる．ピリジン/トリメチルシリルイミダゾール混液（72：28）1.8 mL を加えて混和後，20 分間放置し，試料溶液とする．試料溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．液の α-乳糖のピーク面積 A_a 及び β-乳糖のピーク面積 A_b を測定し，本品中の β-乳糖の含有率（%）を次式により計算する．

$$\beta\text{-乳糖の含有率（\%）} = \{A_b / (A_a + A_b)\} \times 100$$

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料導入部の温度：約 275 ℃

カラム：内径 4 mm，長さ 0.9 m のガラスカラムにガスクロマトグラフィー用 25 % フェニル－25 % シアノプロピル－メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：215 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分約 40 mL の一定流量

システム適合性

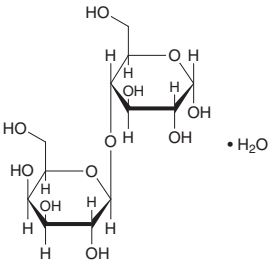
システムの性能：α-乳糖・β-乳糖混合物（1：1）1 mg につき，試料溶液と同様に操作し，その 2 μL につき，上記の操作条件で操作するとき，β-乳糖に対する α-乳糖の相対保持時間比は約 0.7 で，その分離度が 3.0 以上のものを用いる．

◆**貯 法 容 器** 密閉容器．◆

乳糖水和物

Lactose Hydrate

乳糖



$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$：360.31

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose monohydrate

［*64044-51-5*，α-及び β-乳糖一水和物の混合物］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranose の一水和物である．

◆本品は乳から得られる天然の二糖類で，1 個のグルコース単位と 1 個のガラクトース単位からなる．◆

◆本品のうち造粒した粉末はその旨表示する．◆

◆**性 状** 本品は白色の結晶，粉末又は造粒した粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと◆本品の参照スペクトル又は◆乳糖標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋54.4 ～ ＋55.9 ° 本品の換算した脱水物約 10 g に相当する量を精密に量り，50 ℃ に加温した水 80 mL に溶かした後，放冷する．冷後，アンモニア試液 0.2 mL を加え 30 分間放置する．次に水で正確に 100 mL とし，この液につき，層長 100 mm で測定する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を熱湯 10 mL に溶かすとき，液は無色又はほとんど無色澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.04 以下である．

（2） 酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色である．この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.4 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g を温湯 20 mL に溶かし，これに 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，水を加えて 50 mL とし，以下第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び鉛標準液 2.0 mL を

加える（5 ppm 以下）.◆

（4） たん白質及び光吸収物質　本品 1.0 g をとり，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 210 ～ 220 nm における吸光度は 0.25 以下，270 ～ 300 nm における吸光度は 0.07 以下である．

◆**乾燥減量**〈2.41〉 0.5 % 以下．ただし，造粒した粉末は 1.0 % 以下とする（1 g，80 ℃，2 時間）.◆

水　分〈2.48〉 4.5 ～ 5.5 %.◆ただし，造粒した粉末は 4.0 ～ 5.5 % とする◆(1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液（2：1）を用いる）.

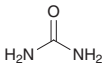
強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

◆**微生物限度**〈4.05〉 試験を行うとき，本品 1 g につき，細菌数は 100 以下で，真菌（かび及び酵母）数は 50 以下である．またサルモネラ及び大腸菌は認めない.◆

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器.◆

尿素

Urea



CH_4N_2O：60.06

Urea ［*57-13-6*］

本品は定量するとき，尿素（CH_4N_2O）99.0 % 以上を含む.

性　状　本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，冷涼な塩味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，沸騰エタノール（95）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 100）は中性である．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を加熱するとき，液化してアンモニアのにおいを発する．更に液が混濁するまで加熱を続けた後，冷却し，生じた塊を水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL の混液に溶かし，これに硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は帯赤紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を水 1 mL に溶かし，硝酸 1 mL を加えるとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

融　点〈2.60〉 132.5 ～ 134.5 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）.

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）.

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）.

（4） エタノール不溶物　本品 5.0 g を温エタノール（95）50 mL に溶かし，質量既知のガラスろ過器（G4）でろ過し，残留物を温エタノール（95）20 mL で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 2.0 mg 以下である．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

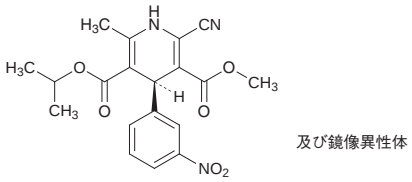
定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，水に溶かして正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確にケルダールフラスコにとり，窒素定量法〈1.08〉により試験を行う．

0.005 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 0.3003 mg CH_4N_2O

貯　法　容　　器　密閉容器.

ニルバジピン

Nilvadipine



$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37

3-Methyl 5-(1-methylethyl) (4*RS*)-2-cyano-6-methyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

［*75530-68-6*］

本品は定量するとき，ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む.

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトニトリル溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニルバジピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はニルバジピン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 167 ～ 171 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）.

（2） 類縁物質　本品 20 mg をアセトニトリル 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条

件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，個々の類縁物質は 0.3 % 以下である．また，それらの合計は 0.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液（32：27：18）

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たニルバジピンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のニルバジピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3300 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.1 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びニルバジピン標準品約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 20 mL を正確に加えた後，水 20 mL 及びメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液（1 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL を加えた後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整する．この液にアセトニトリル 900 mL を加えて混和する．

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

ニルバジピン錠

Nilvadipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$：385.37）を含む．

製 法 本品は「ニルバジピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ニルバジピン」1 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 239 ～ 243 nm に吸収の極大を示し，371 ～ 381 nm に幅広い吸収を有する極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，1 mL 中にニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）約 0.2 mg を含む液となるようにアセトニトリル/水混液（7：3）V mL を加える．更に内標準溶液を正確に V mL 加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させる．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加えた後，アセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）
＝ $W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 100)$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 アセナフテンのアセトニトリル溶液（1 → 500）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノール 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に本品の表示量の 10 倍に対応する量のニルバジピン標準品を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 1 mL を正確に量り，水 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，ニルバジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の表示量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液（7：7：6）
流量：ニルバジピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニルバジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 25 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，アセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にニルバジピン標準品約 20 mg を精密に量り，アセトニトリル/水混液（7：3）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，更にアセトニトリル/水混液（7：3）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ニルバジピン（$C_{19}H_{19}N_3O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 4)$

W_S：ニルバジピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　アセナフテンのアセトニトリル溶液（1 → 500）

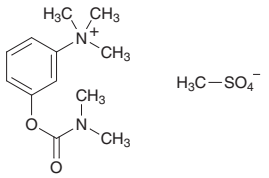
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 10 mL を加えた後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 7.0 に調整する．この液にアセトニトリル 900 mL を加えて混和する．
流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ニルバジピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

ネオスチグミンメチル硫酸塩

Neostigmine Methylsulfate
メチル硫酸ネオスチグミン



$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39
3-(Dimethylcarbamoyloxy)-*N*,*N*,*N*-trimethylanilinium methyl sulfate ［*51-60-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．
本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール（95）に溶けやすい．

確認試験
（1）本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はネオスチグミンメチル硫酸

塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したネオスチグミンメチル硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融　点〈2.60〉 145 ～ 149 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（3） ジメチルアミノフェノール　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液 1 mL を加えるとき，液は呈色しない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のネオスチグミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸収光光度計（測定波長：259 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を用いて pH を 3.0 に調整する．これに 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.871 g を加えて溶かす．この液 890 mL をとり，アセトニトリル 110 mL を加える．

流量：ネオスチグミンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ジメチルアミノフェノール 4 mg 及びネオスチグミンメチル硫酸塩 25 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジメチルアミノフェノール，ネオスチグミンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ネオスチグミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ネオスチグミンメチル硫酸塩注射液

Neostigmine Methylsulfate Injection

メチル硫酸ネオスチグミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$：334.39）を含む．

製　法　本品は「ネオスチグミンメチル硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：5.0 ～ 6.5

確認試験

本品の表示量に従い「ネオスチグミンメチル硫酸塩」5 mg に対応する容量をとり，必要ならば水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm に吸収の極大を示す．

エンドトキシン〈4.01〉 5 EU/mg 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品を試料溶液とする．別にネオスチグミンメチル硫酸塩標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，標準溶液とする．以下「ネオスチグミンメチル硫酸塩」の定量法を準用する．

ネオスチグミンメチル硫酸塩（$C_{13}H_{22}N_2O_6S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ネオスチグミンメチル硫酸塩標準品の秤取量（mg）

貯　法

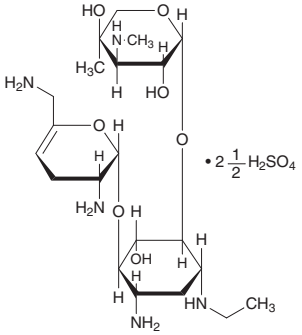
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

ネチルマイシン硫酸塩

Netilmicin Sulfate

硫酸ネチルマイシン



$C_{21}H_{41}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：720.78

3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino-*β*-L-arabinopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-*α*-D-*glycero*-hex-4-enopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-1-*N*-ethyl-D-streptamine hemipentasulfate

[*56391-57-2*]

本品は，シソマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 595 ～ 720 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ネチルマイシン（$C_{21}H_{41}N_5O_7$：475.58）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 30 mg を水 3 mL に溶かし，臭素試液 0.2 mL を加えるとき，液の色は直ちに消える．

（2）　本品及びネチルマイシン硫酸塩標準品 15 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28)/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後，約 100 ℃ で約 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+88 ～ +96°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．ただし，比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品の換算した乾燥物 50 mg に対応する量をとり，水に溶かして 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 0.5 mL，1 mL 及び 1.5 mL を正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水（28)/アセトン混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，約 100 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの合計量は 6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　15.0 % 以下（0.15 g，減圧・0.67 kPa 以下，110 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の ii を用いる．ただし，滅菌後の pH〈*2.54*〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii）　標準溶液　ネチルマイシン硫酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

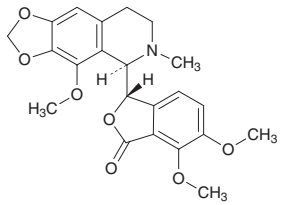
保存条件　遮光して，空気を窒素又はアルゴンで置換して 5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ノスカピン

Noscapine

ナルコチン



$C_{22}H_{23}NO_7$：413.42

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)one　[*128-62-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン（$C_{22}H_{23}NO_7$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+42 ～ +48°（乾燥後，0.5 g，0.1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　174 ～ 177 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.7 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.4 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.02 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　モルヒネ　本品 10 mg に水 1 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL を加え，振り混ぜて溶かし，硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（4）　類縁物質　本品 0.7 g をアセトン 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（60：60：9：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用希次硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.34 mg $C_{22}H_{23}NO_7$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

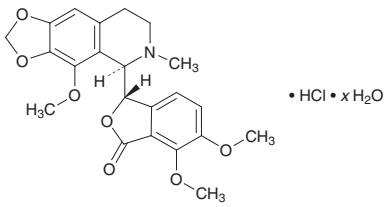
ノスカピン塩酸塩水和物

Noscapine Hydrochloride Hydrate

塩酸ナルコチン

塩酸ノスカピン

ノスカピン塩酸塩



$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl \cdot xH_2O$

(3*S*)-6,7-Dimethoxy-3-[(5*R*)-4-methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinolin-5-yl]isobenzofuran-1(3*H*)-one monohydrochloride hydrate　[*912-60-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノスカピン塩酸塩（$C_{22}H_{23}NO_7 \cdot HCl$：449.88）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水，無水酢酸又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈し，次に黄褐色に変わる．

（2）　本品 1 mg にバナジン酸アンモニウムの硫酸溶液（1 → 200）1 滴を加えるとき，だいだい色を呈する．

（3）　本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，酢酸ナトリウム

試液 3 滴を加えるとき，白色の綿状の沈殿を生じる．

（4） 本品 1 mg を薄めた硫酸（1 → 35）1 mL に溶かし，クロモトロプ酸溶液（1 → 50）5 滴を加えて混和した後，硫酸 2 mL を滴加するとき，液は紫色を呈する．

（5） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とした後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上でほとんど留去した後，エタノール（99.5）1 mL を加えて蒸発乾固する．残留物を 105 ℃で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 174 ～ 177 ℃である．

（6） 本品の水溶液（1 → 50）にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 モルヒネ 本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 9.0 % 以下（0.5 g，120 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 44.99 mg $C_{22}H_{23}NO_7$・HCl

貯 法

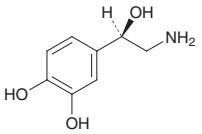
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ノルアドレナリン

Noradrenaline

ノルエピネフリン



及び鏡像異性体

$C_8H_{11}NO_3$：169.18

4-[(1*RS*)-2-Amino-1-hydroxyethyl]benzene-1,2-diol

[*51-41-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*-ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡褐色又はわずかに赤みを帯びた褐色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に極めて溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気又は光によって徐々に褐色となる．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶 状 本品 0.10 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とするとき，液は無色澄明である．

（2） アルテレノン 本品 50 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.1 以下である．

（3） アドレナリン 本品 10.0 mg を薄めた酢酸（100）（1 → 2）2.0 mL に溶かし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて 10 mL とする．この液に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）0.3 mL を混和し，1 分間後に観察するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：アドレナリン酒石酸水素塩標準品 2.0 mg 及びノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品 90 mg を水に溶かし正確に 10 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 2）1.0 mL 及び水を加えて 10 mL とし，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，18 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.92 mg $C_8H_{11}NO_3$

貯 法

保存条件 遮光して，空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容 器 気密容器．

ノルアドレナリン注射液

Noradrenaline Injection

塩酸ノルアドレナリン注射液

塩酸ノルエピネフリン注射液

ノルエピネフリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応する *dl*-ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$：169.18）を含む．

製　法　本品は「ノルアドレナリン」をとり，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は空気又は光によって徐々に微赤色となる．

pH：2.3 ～ 5.0

確認試験　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」1 mg に対応する容量を試験管 A 及び B にとり，それぞれに水 1 mL ずつを加え，A に pH 3.5 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL を，B に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加える．それぞれにヨウ素試液 1.0 mL ずつを加えて 5 分間放置した後，チオ硫酸ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加えるとき，A は無色～微赤色を呈し，B は濃赤紫色を呈する．

純度試験

（1） アルテレノン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」10 mg に対応する容量をとり，水を加えて正確に 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 310 nm における吸光度は 0.10 以下である．

（2） アドレナリン　本品の表示量に従い「ノルアドレナリン」5 mg に対応する容量をとり，薄めた酢酸（100）（1 → 2）1 mL 及び水を加えて 10 mL とし，以下「ノルアドレナリン」の純度試験（3）を準用する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の *dl*−ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）約 5 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにデンプン試液 0.2 mL を加え，振り動かしながらヨウ素試液を，液が持続する青色を呈するまで滴加した後，更にヨウ素試液 2 mL を加えて振り混ぜる．これに，0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 とし，更に pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜ，3 分間放置する．直ちに，これに液が赤紫色となるまでチオ硫酸ナトリウム試液を滴加した後，水を加えて正確に 50 mL とする．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液につき，5 分以内に紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 515 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

dl−ノルアドレナリン（$C_8H_{11}NO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 0.5016$

W_S：ノルアドレナリン酒石酸水素塩標準品の秤取量（mg）

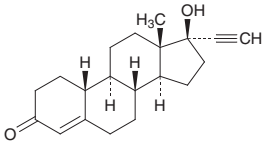
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ノルエチステロン

Norethisterone



$C_{20}H_{26}O_2$：298.42

17−Hydroxy−19−nor−17α−pregn−4−en−20−yn−3−one

［*68−22−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルエチステロン（$C_{20}H_{26}O_2$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は赤褐色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色で，黄褐色の沈殿を生じる．

（2） 本品 25 mg に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かした液 3.5 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 5 時間加熱する．冷後，水 15 mL を加え，生じた沈殿をろ取する．残留物を水 1 ～ 2 mL で洗った後，メタノールから再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 5 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 112 ～ 118 ℃ である．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：−23 ～ −27 °（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，200 mm）．

融　点〈2.60〉　203 ～ 209 ℃

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

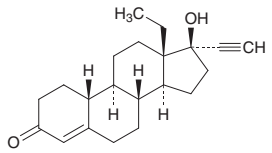
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 29.84 mg $C_{20}H_{26}O_2$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ノルゲストレル
Norgestrel



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45
13-Ethyl-17-hydroxy-18,19-dinor-17α-pregn-4-en-20-yn-3-one ［*6533-00-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はテトラヒドロフラン又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　206 ～ 212 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 30 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL に溶かし，硝酸銀溶液（1 → 20）10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 31.25 mg $C_{21}H_{28}O_2$

貯 法 容　器　密閉容器．

ノルゲストレル・エチニルエストラジオール錠
Norgestrel and Ethinylestradiol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$：312.45）及びエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$：296.40）を含む．

製　法　本品は「ノルゲストレル」及び「エチニルエストラジオール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ノルゲストレル」10 mg に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 2 mL をとり，水酸化ナトリウム試液 6 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．クロロホルム層 1 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，赤だいだい色の蛍光を発する（ノルゲストレル）．

（2）（1）で得たろ液 1 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にホウ酸・メタノール緩衝液 1 mL を加えて振り混ぜた後，氷冷する．この液に氷冷したジアゾ試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤だいだい色を呈する（エチニルエストラジオール）．

（3）（1）で得たろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品 10 mg 及びエチニルエストラジオール標準品 1 mg をそれぞれクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液（368：32：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに *p*-トルエンスルホン酸一水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を均等に噴霧し，100 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたメタノール（7 → 10）2 mL を加え，内標準溶液 2 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液を孔径 0.2 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品及びエチニルエストラジオール標準品の表示量の 100 倍量を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 100)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 100)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 50000）
試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
定量法のシステム適合性を準用する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 50 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 30 mL を正確に量り，カラム（55 ～ 105 μm の前処理用オクタデシルシリル化シリカゲル 0.36 g を内径約 1 cm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れる．次に水 15 mL でカラムを洗い，メタノール 3 mL で溶出し，溶出液を約 40 ℃ の水浴中で空気を送りながら蒸発乾固する．残留物に薄めたメタノール（7 → 10）2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約 25 mg 及びエチニルエストラジオール標準品約 2.5 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / C_a) \times (9 / 5)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times (9 / 5)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）
C_a：1 錠中のノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の表示量（mg）
C_b：1 錠中のエチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の表示量（mg）

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
定量法のシステム適合性を準用する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）4 mL を加え，内標準溶液 4 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜた後，この液を遠心分離する．上澄液を孔径 0.2 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にノルゲストレル標準品約 50 mg 及びエチニルエストラジオール標準品約 5 mg を精密に量り，薄めたメタノール（7 → 10）に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するノルゲストレル及びエチニルエストラジオールのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める．

ノルゲストレル（$C_{21}H_{28}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 50)$

エチニルエストラジオール（$C_{20}H_{24}O_2$）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 50)$

W_{Sa}：ノルゲストレル標準品の秤取量（mg）
W_{Sb}：エチニルエストラジオール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルの薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 50000）
試験条件
検出器：ノルゲストレル　紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）
エチニルエストラジオール　蛍光光度計（励起波長：281 nm，蛍光波長：305 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）
流量：ノルゲストレルの保持時間が約 10 分になるよう

に調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチニルエストラジオール，ノルゲストレル，内標準物質の順に溶出し，ノルゲストレルと内標準物質の分離度は 8 以上である．

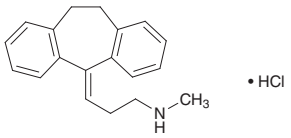
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエチニルエストラジオール及びノルゲストレルのピーク面積の比の相対標準偏差はいずれも 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ノルトリプチリン塩酸塩

Nortriptyline Hydrochloride

塩酸ノルトリプチリン



$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$：299.84

3-(10,11-Dihydro-5*H*-dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride

[*894-71-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルトリプチリン塩酸塩（$C_{19}H_{21}N \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は約 5.5 である．

融点：215 ～ 220 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に臭素試液 1 mL を加えるとき，試液の色は消える．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にキンヒドロンのメタノール溶液（1 → 40）1 ～ 2 滴を加えるとき，液は徐々に赤色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～ごくうすい黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.50 g をとり，クロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/メタノール/ジエチルアミン混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.98 mg $C_{19}H_{21}N \cdot HCl$

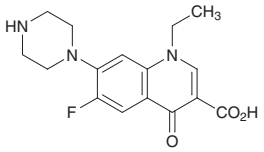
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ノルフロキサシン

Norfloxacin



$C_{16}H_{18}FN_3O_3$：319.33

1-Ethyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid ［*70458-96-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ノルフロキサシン（$C_{16}H_{18}FN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンに溶けにくく，メタノールに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）に溶かし，100 mL とする．この液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて 100 mL にした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品をアセトンに溶かした後，減圧下でアセトンを蒸発し，残留物を乾燥する．乾燥した残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水 23 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，薄めた塩酸（1 → 3）を赤色が消えるまで徐々に加え，希塩酸 0.5 mL を加えた後，30 分間氷冷する．次にガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，残留物を水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mLに 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 7 mL，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，薄めた塩酸（1 → 3）を赤色が消えるまで加え，希塩酸 1.5 mL，ブロモフェノールブルー試液 1 ～ 2 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（15 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール/アセトン混液（1：1）50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノール/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/トルエン/ジエチルアミン/水混液（20：20：10：7：4）を展開溶媒として約 9 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm 及び 366 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，各スポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 31.93 mg $C_{16}H_{18}FN_3O_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

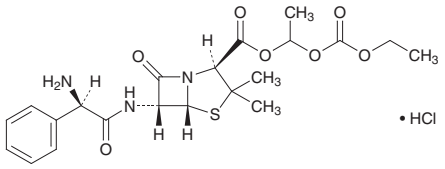
容 器 気密容器．

バカンピシリン塩酸塩

Bacampicillin Hydrochloride

塩酸アンピシリンエトキシカルボニルオキシエチル

塩酸バカンピシリン



$C_{21}H_{27}N_3O_7S \cdot HCl$：501.98

1-Ethoxycarbonyloxyethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*37661-08-8*]

本品はアンピシリンのエトキシカルボニルオキシエチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 626 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にやや溶けやすい．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバカンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋140 ～ ＋170°（脱水物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 遊離アンピシリン 本品約 0.1 g を精密に量り，100 mL の分液漏斗に入れ，氷冷した水 15 mL を正確に加えて溶かし，氷冷した pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，氷冷したクロロホルム 25 mL を加えて振り混ぜる．クロロホルム層を除き，氷冷したクロロホルム 25 mL ずつで同様の操作を更に 2 回繰り返す．水層を遠心分離し，上澄液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 20 mg に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL 及び水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液 2 mL ずつを正確に加え，正確に 15 分間放置した後，それぞれの液に 1 mol/L 塩酸試液 2 mL，pH 4.6 の 0.3 mol/L フタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL をそれぞれ正確に加え，遮光して正確に 20 分間放置する．次に，それぞれの液を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の色が無色に変わるときとする．別に，試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 mL を正確に量り，pH 4.6 の 0.3 mol/L フタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL をそれぞれ正確に加え，同様の方法で空試験を行う．試料溶液及び標準溶液の 0.005 mol/L ヨウ素液の消費量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とするとき，アンピシリンの量は 1.0 % 以下である．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量（mg）

$= W_S \times (V_T / V_S) \times (1 / 20)$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量（mg）

水 分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びバカンピシリン塩酸塩標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のバカンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：バカンピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた 2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 100）500 mL に薄めた 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液（2 → 5）を加えて pH を 6.8 に調整する．この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える．

流量：バカンピシリンの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

システム適合性

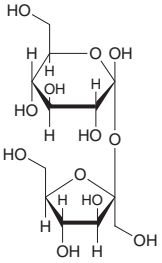
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，バカンピシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，2 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バカンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

白糖

White Soft Sugar



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside ［*57-50-1*］

性 状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は中性である．

確認試験

（1） 本品 1 g を加熱するとき，融解してふくれ上がり，カラメルのにおいを発して，かさ高い炭化物となる．

（2） 本品 0.1 g に希硫酸 2 mL を加えて煮沸し，水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びフェーリング試液 3 mL を加えて沸騰するまで加熱するとき，赤色～暗赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+65.0 ～ +67.0 °（乾燥後，13 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 100 g を水 100 mL に溶かし，この液 50 mL をネスラー管にとり，白色の背景を用い側方から観察するとき，液は無色又はわずかに黄色で，青色を呈しない．更にこの液をネスラー管に充満し，密栓して 2 日間放置するとき，沈殿を生じない．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 10.0 g を水に溶かし 100 mL とし，試料溶液とする．この液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.005 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.006 % 以下）．

（4） カルシウム （2）の試料溶液 10 mL にシュウ酸アンモニウム試液 1 mL を加えるとき，液は直ちに変化しない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 転化糖 本品 5.0 g を水に溶かし 100 mL とし，必要ならばろ過して試料溶液とする．別にアルカリ性硫酸銅（Ⅱ）試液 100 mL を 300 mL のビーカーに入れ，時計皿でふたをして煮沸し，直ちに試料溶液 50.0 mL を加え，正確に 5 分間煮沸した後，直ちに新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，10 ℃ 以下の水浴中に 5 分間浸し，沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，ろ液が中性になるまで水で洗い，更にエタノール（95）10 mL 及びジエチルエーテル 10 mL で洗い，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その量は 0.120 g 以下である．

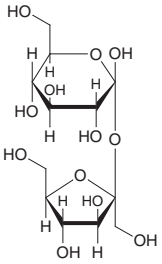
乾燥減量〈2.41〉 1.30 % 以下（15 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

精製白糖

Sucrose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Fructofuranosyl α-D-glucopyranoside ［57-50-1］

本品は添加剤を含まない．

大容量輸液の調製に用いるものについてはその旨表示する．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末，又は光沢のある無色あるいは白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品及び白糖 10 mg ずつに薄めたメタノール（3 → 5）をそれぞれ加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液（a）とする．別にブドウ糖，乳糖水和物，果糖及び白糖 10 mg ずつに薄めたメタノール（3 → 5）を加えて 20 mL とし，標準溶液（b）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（a）及び（b）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，完全に乾燥させる．次に 1,2-ジクロロエタン/酢酸（100）/メタノール/水混液（10：5：3：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開し，薄層板を温風乾燥し，直ちに新しい展開溶媒で展開を繰り返した後，薄層板を温風乾燥する．これにチモール 0.5 g をエタノール（95）/硫酸混液（19：1）100 mL に溶かした液を均等に噴霧した後，130 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポットは標準溶液（a）から得た主スポットと同様の位置，色及び大きさである．また標準溶液（b）から得た 4 つのスポットはそれぞれ明確に識別できる．

（2） 本品 50.0 g を新たに煮沸し冷却した水に溶かし 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とする．更にこの液 5 mL をとり，新たに調製した硫酸銅（Ⅱ）試液 0.15 mL 及び新たに調製した 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は青色澄明で，煮沸後も変わらない．この溶液に希塩酸 4 mL を加えて煮沸し，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 4 mL を加えるとき，直ちにだいだい色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋66.3 ～ ＋67.0 °（26 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 確認試験（2）の試料溶液は澄明である．またこの液の色は，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL 及び塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 0.6 mL を正確に量り，更に塩酸溶液（7 → 250）7.0 mL を加えた溶液 5.0 mL に塩酸溶液（7 → 250）95.0 mL を加えた液の色より濃くない．

（2） 酸又はアルカリ 確認試験（2）の試料溶液 10 mL にフェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき，液は無色で，この液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.3 mL を加えるとき，液は紅色を呈す．

（3） 亜硫酸塩 本品 5.0 g を水 40 mL に溶かし，希水酸化ナトリウム試液 2.0 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に二亜硫酸ナトリウム 0.076 g を量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更に，この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．直ちに試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 3 mol/L 塩酸試液 1.0 mL，脱色フクシン試液 2.0 mL 及びホルムアルデヒド液試液 2.0 mL を加え，30 分間放置する．これらの液につき，水 10.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 583 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（SO_2 として 15 ppm 以下）．ただし，標準溶液が明らかに赤紫色～青紫色を呈さないとき，この試験は無効とする．

（4） 鉛 本品 50 mg を正確に量り，ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ，硝酸 0.5 mL を加えて溶かした後，密封し，150 ℃ で 5 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 5 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 3 個以上をとり，原子吸光光度法（電気加熱方式）〈2.23〉の標準添加法により次の条件で試験を行う．ただし，標準溶液は鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて調製する．また硝酸 10.0

mL をとり，水を加えて正確に 100 mL とした溶液を用いて空試験を行い，補正する（0.5 ppm 以下）．

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

乾燥温度：110 ℃

灰化温度：600 ℃

原子化温度：2100 ℃

（5） 転化糖　確認試験（2）の試料溶液 5 mL を長さ約 150 mm，直径約 16 mm の試験管にとり，これに水 5 mL，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL 及びメチレンブルー試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 2 分間加温した後，水浴中から取り出し，直ちに観察するとき，液の青色は完全には消えない（0.04 %）．ただし，空気との接触面の青色は無視する．

電気伝導率

（i） 塩化カリウム標準液　塩化カリウムを粉末とし，500 ～ 600 ℃ で 4 時間乾燥し，新たに蒸留して製した（二酸化炭素を含まない）電気伝導率 2 μS·cm^{-1} 以下の水に溶かして 1000.0 g 中に塩化カリウムをそれぞれ 0.7455 g，0.0746 g 及び 0.0149 g を含む 3 種類の塩化カリウム標準液を調製する．これらの液の 20 ℃ における電気伝導率は次表のとおりである．

標準液の種類 (g/1000.0 g)	電気伝導率 (μS·cm^{-1})	抵抗率 (Ω·cm)
0.7455	1330	752
0.0746	133.0	7519
0.0149	26.6	37594

（ii） 装置　電気伝導率計を用いる．電気伝導率の測定は，溶液に浸された測定器具（セル）の電極間の柱液体の電気抵抗を測定することによってなされる．この装置には電極の分極による影響を除去するための交流が供給される．また，通例，温度補償回路が組み入れられている．セルには，白金黒でコーティングされた二つの平行に置かれた白金電極が備わり，一般に両極は，溶液と電極間で電解質が容易に交換できるガラス管で保護されている．セル定数が 0.01 ～ 1 cm^{-1} のセルを用いる．

（iii） 操作法　塩化カリウム標準液は測定に適したものを調製して使用する．セルをよく水で洗い，次に塩化カリウム標準液で 2 ～ 3 回洗った後，塩化カリウム標準液をセルに満たす．塩化カリウム標準液を 20±0.1 ℃ に保ち，電気伝導度を測定する．これを繰り返し，測定値が ±3 % 以内で一致したときの電気伝導度 $G\chi_0$（μS）を求める．測定した値から次式によりセル定数 J を求める．

$$J = \frac{\chi_{KCl}}{G\chi_0}$$

J：セル定数（cm^{-1}）

χ_{KCl}：塩化カリウム標準液の電気伝導率（μS·cm^{-1}）（20 ℃）

$G\chi_0$：測定した電気伝導度（μS）

本品 31.3 g を新たに蒸留して製した（二酸化炭素を含まない）水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．セルをよく水で洗い，次に試料溶液で 2 ～ 3 回洗った後，試料溶液をセルに満たす．マグネチックスターラーでゆるやかにかき混ぜながら，試料溶液を 20±0.1 ℃ に保ち，電気伝導度 G_T（μS）を測定する．同様に試料溶液の調製に用いた水の電気伝導度 G_0（μS）を測定し，次式によりそれぞれの電気伝導率 χ_T（μS・cm^{-1}）及び χ_0（μS・cm^{-1}）を求める．

$$\chi_T\ (\mu S\cdot cm^{-1}) = JG_T$$
$$\chi_0\ (\mu S\cdot cm^{-1}) = JG_0$$

次式により試料溶液の補正された電気伝導率 χ_C を求めるとき，χ_C は 35 μS・cm^{-1} 以下である．

$$\chi_C\ (\mu S\cdot cm^{-1}) = \chi_T - 0.35\ \chi_0$$

乾燥減量〈*2.41*〉 0.1 % 以下（2 g，105 ℃，3 時間）．

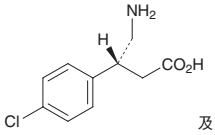
デキストリン　大容量輸液の調製に用いるものは，確認試験（2）の試料溶液 2 mL に水 8 mL，希塩酸 0.05 mL 及びヨウ素試液 0.05 mL を加えるとき，液の黄色は消えない．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.25 EU/mg 未満．ただし，大容量輸液の調製に用いるもの．

貯　法　容　器　密閉容器．

バクロフェン

Baclofen



及び鏡像異性体

$C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66

(3*RS*)−4−Amino−3−(4−chlorophenyl)butanoic acid

［*1134−47−0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水に溶けにくく，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバクロフェン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を酢酸（100）50 mL に

溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に酢酸（100）5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.21 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1.0 mL 及び 1.5 mL を正確に量り，それぞれ移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）及び（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）25 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき，試料溶液のバクロフェン以外のピークの各々のピーク高さは，標準溶液（1）のバクロフェンのピーク高さより大きくない．また，それらのピーク高さの合計は，標準溶液（2）のバクロフェンのピーク高さより大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 900）混液（3：2）

流量：バクロフェンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバクロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液（1）25 μL から得たバクロフェンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

システムの性能：本品 0.40 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 5 mg を移動相 200 mL に溶かす．この液 10 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 25 μL につき，上記の条件で操作するとき，バクロフェン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液（1）25 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，バクロフェンのピーク高さの相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 21.37 mg $C_{10}H_{12}ClNO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

バクロフェン錠
Baclofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$：213.66）を含む．

製 法 本品は「バクロフェン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量をとり，水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，以下「バクロフェン」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」25 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ～ 261 nm，264 ～ 268 nm 及び 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

（3） 本品を粉末とし，表示量に従い「バクロフェン」0.01 g に対応する量をとり，メタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にバクロフェン標準品 0.01 g をメタノール/酢酸（100）混液（4：1）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（4：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 500 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品（別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 220 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 70 % 以上である．

バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 50$

W_S：バクロフェン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のバクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 130 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にバクロフェン標準品（別途「バクロフェン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 0.25 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，希水酸化ナトリウム試液で中和した後，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにニンヒドリン・塩化スズ（Ⅱ）試液 4 mL を加えて振り混ぜた後，水浴上で 20 分間加熱し，直ちに 2 分間激しく振り混ぜる．冷後，それぞれに水/1-プロパノール混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 570 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

バクロフェン（$C_{10}H_{12}ClNO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：脱水物に換算したバクロフェン標準品の秤取量(mg)

貯 法 容 器 密閉容器．

バシトラシン
Bacitracin

［*1405-87-4*］

本品は，*Bacillus subtilis* 又は *Bacillus licheniformis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するバシトラシン A を主成分とするペプチド系化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 60 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，バシトラシン A（$C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$：1422.69）としての量を単位で示し，その 1 単位はバシトラシン A（$C_{66}H_{103}N_{17}O_{16}S$）23.8 μg に対応する．

性 状 本品は白色～淡褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）3 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 3 mL を加え，液が赤桃色～赤紫色になるまで振り混ぜた後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）数滴を加え，振り混ぜるとき，液は，緑色～暗緑色を呈する．

（2） 本品及びバシトラシン標準品 60 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/酢酸（100）/水/ピリジン/エタノール（99.5）混液（30：15：10：6：5）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，風乾する．これに，ニンヒドリン試液を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.15 g を 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 2 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により，波長 252 nm 及び 290 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき，A_2/A_1 は 0.20 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 10240 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiiを用いる．

（iii） 標準溶液 バシトラシン標準品約 400 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 10 ℃ 以下に保存し，2 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 400 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

乾燥破傷風ウマ抗毒素
Freeze-dried Tetanus Antitoxin, Equine
乾燥破傷風抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中の破傷風抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥破傷風ウマ抗毒素の条に適合する．

性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又は

わずかに白濁した液となる．

沈降破傷風トキソイド
Adsorbed Tetanus Toxoid

本品は破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られた破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降破傷風トキソイドの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バソプレシン注射液
Vasopressin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は健康なウシ又はブタなどの脳下垂体後葉から大部分の子宮収縮成分のオキシトシンを除いて得た血圧上昇成分のバソプレシン又は合成によって得たバソプレシンを含む．

本品は定量するとき，表示されたバソプレシン単位の 85 ～ 120 % を含む．

製　法　本品は脳下垂体後葉から得たバソプレシン部分又は合成によって得たバソプレシンをとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

pH：3.0 ～ 4.0

純度試験　子宮収縮成分　本品は次の方法により試験を行うとき，子宮収縮成分の量は，定量された 10 バソプレシン単位につき，0.6 オキシトシン単位以下である．

（i）　標準原液　オキシトシン標準品の表示単位に従い，その 200 単位につき，薄めた酢酸（100）（1 → 400）10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）を加えて正確に 10 mL とする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後 6 箇月以内に使用する．

（ii）　標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて，その 1 mL 中に 0.020 オキシトシン単位を含むように薄める．

（iii）　試料溶液　本品の定量されたバソプレシン単位の 6/100 の単位を求め，オキシトシン単位と仮定する．本品に生理食塩液を加えて，その 1 mL 中に仮定した 0.020 オキシトシン単位を含むように薄める．

（iv）　装置　摘出子宮収縮実験用装置を用いるが，精密な温度調節器を用い，浴温を 37 ～ 38 ℃ の間の一定温度に保ち，試験中はこの温度が 0.1 ℃ 以上の差がないようにする．また，100 mL のマグナス容器を用いて子宮を懸垂する．

（v）　試験動物　体重 175 ～ 350 g の発情期でない健康な処女モルモットを用いる．ただし，幼時から雄を見ないように分けて飼育し，更に雄の体臭をも感じさせないようにする．

（vi）　操作法　マグナス容器は一定温度に保った恒温槽に浸し，ロック・リンゲル試液を入れ，酸素を適当に通じておく．モルモットの頭を打って殺し，直ちに子宮を摘出し，マグナス容器に懸垂し，子宮角の一端を糸でヘーベルに連結する．必要ならば，ヘーベルに加重し，この質量は試験中変えない．15 ～ 30 分後，子宮が十分に伸びきったとき，試験を始める．標準溶液及び試料溶液のそれぞれ 0.1 ～ 0.5 mL の等容量を交互に 10 ～ 20 分間の一定時間をおいて 2 回マグナス容器に加え，最後に別に標準溶液の 25 % 増量した容量を加え，子宮を収縮させ，その収縮の高さを測定する．

標準溶液による子宮収縮の高さの平均は，試料溶液による子宮収縮の高さの平均に等しいか，又はそれより大きい．また，最後の増量した標準溶液による子宮収縮の高さは，前の標準溶液による子宮収縮の高さより明らかに大きい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i）　試験動物　体重 200 ～ 300 g の健康な雄のシロネズミを用いる．

（ii）　標準原液　バソプレシン標準品の表示単位に従い，その 2000 単位につき，薄めた酢酸（100）（1 → 400）100 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）を加えて正確に 10 mL とする．この液は凍結を避け，冷所に保存し，調製後 6 箇月以内に使用する．

（iii）　標準溶液　標準原液に生理食塩液を加えて薄める．その薄め方は（vi）の操作法に従って，薄めた液 0.2 mL を試験動物に注射するとき，試験動物の血圧を 35 ～ 60 mmHg 上昇するように調節し，これを高用量標準溶液 S_H とする．更にこの液に生理食塩液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に薄め，低用量標準溶液 S_L とする．

（iv）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，高用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように生理食塩液を加えて薄め，これを高用量試料溶液 T_H とする．更にこの液に生理食塩液を加えて 1.5 ～ 2.0 倍容量に薄め，低用量試料溶液 T_L とする．ただし，S_H と S_L との濃度比は T_H と T_L との濃度比に等しくする．反応が変化したときは，次の 1 組の試験の初めに S_H と T_H の濃度を調節する．この場合 S_H と S_L 及び T_H と T_L との濃度比は初めの比と等しくする．

（v）　注射量　通例，0.2 mL で，予試験又は経験に基づいて定めるが，その注射量は 1 組の試験を通じて等容量とする．

（vi）　操作法　試験動物に，その体重 100 g につき，カルバミン酸エチル溶液（1 → 4）0.7 mL を皮下注射して麻酔し，気管にカニューレを挿入し，人工呼吸（呼吸数：毎分約 60）を行い，第二頸椎骨の一部を除き，脊髄を切断し，大後頭孔を経て脳髄を破壊する．股静脈にあらかじめ生理食塩液を満たしたカニューレを挿入する．体重 100 g につき，ヘパリンナトリウム 200 ヘパリン単位に生理食塩液 0.1 mL を加えて溶かした液をこのカニューレを経て注射し，直ちに生理食塩液 0.3 mL で流し込む．次に頸動脈にカニューレを挿入し，ビニール管を用いて血圧マノメーターに連結する．あらかじめ，動脈カニューレ及びビニール管には生理食塩液を満たしておく．注射後，上昇した血圧が注射前の基線に戻るように 10 ～ 15 分間の一定時間をおいて，標準溶

液及び試料溶液をカニューレを経て静脈に注射し，キモグラムの血圧の上昇値を 1 mmHg まで測定する．ただし，試験温度は 20 ～ 25 ℃ とする．また，注射順位は S_H，S_L，T_H 及び T_L を用いて次に示す 4 対を作り，各対中においては示された順序とし，各対の順位は無作為とする．

第 1 対 S_H，T_L　　第 2 対 S_L，T_H

第 3 対 T_H，S_L　　第 4 対 T_L，S_H

この試験は同じ試験動物を用いて 4 対をもって 1 組の試験とし，通例，2 組で行う．ただし，各組については異なった試験動物を使用してもよい．

(vii) 計算法　各組の第 1 対，第 2 対，第 3 対及び第 4 対における高用量及び低用量の起こした血圧上昇の差をそれぞれ y_1，y_2，y_3 及び y_4 とする．更に各組における y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ合計して Y_1，Y_2，Y_3 及び Y_4 とする．

本品 1 mL 中の単位数

$= \text{antilog}\ M \times$（高用量標準溶液 1 mL 中の単位数）$\times (b / a)$

$$M = (IY_a / Y_b)$$

$$I = \log(S_H / S_L) = \log(T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4$$

$$Y_b = Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4$$

a：試料の採取量（mL）

b：試料の採取量からこれを生理食塩液で薄め，高用量試料溶液を製したときの全容量（mL）

ただし，次の式によって L（P = 0.95）を計算するとき，L は 0.15 以下である．もし，この値を超えるときは，この値以下になるまで試験の組数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + I^2)}$$

$$C = \{Y_b^2 / (Y_b^2 - 4 f s^2 t^2)\}$$

f：組の数

$s^2 = \{\Sigma y^2 - (Y / f) - (Y' / 4) + (Y_b^2 / 4f)\} / n$

Σy^2：各組の y_1，y_2，y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し，合計した値

$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$

Y'：1 組における y_1，y_2，y_3 及び y_4 の和を 2 乗し，各組のこの数を合計した値

$n = 3(f - 1)$

t^2：s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯　法

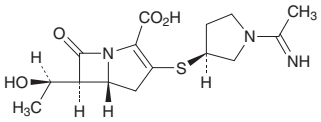
保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 36 箇月．

パニペネム

Panipenem



$C_{15}H_{21}N_3O_4S$・339.41

(5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-Hydroxyethyl]-3-[(3*S*)-1-(1-iminoethyl)pyrrolidin-3-ylsulfanyl]-7-oxo-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylic acid

[*87726-17-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物 1 mg 当たり 900 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，パニペネム（$C_{15}H_{21}N_3O_4S$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 1 mL を加え，3 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2） 本品の pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1760 cm^{-1}，

1676 cm^{-1}，1632 cm^{-1}，1588 cm^{-1}，1384 cm^{-1} 及び 1249 cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（298 nm）：280 ～ 310（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 50 mg，pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，2500 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：+55 ～ +65°（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 0.1 g，pH 7.0 の 0.1 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 別に規定する．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 残留溶媒〈2.46〉 本品約 0.2 g を精密に量り，20 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL 及び水 2 mL を正確に加えて溶かし，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別に，エタノール（99.5）15 mL 及びアセトン 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り，それぞれに水を加えて正確に 20 mL とする．それぞれの液 2 mL を正確に量り，20 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL を正確に加え，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）を一定の室温に保った水浴中で穏やかに振り混ぜた後，30 分間放置する．それぞれの容器内の気体 1 mL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb}，標準溶液（1）の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Sa1} 及び Q_{Sb1}，並びに標準溶液（2）の内標準物質のピーク面積に対するエタノール及びアセトンのピーク面積の比 Q_{Sa2} 及び Q_{Sb2} を求める．次式により，エタノール及びアセトンの量を求めるとき，それぞれ 5.0 % 以下及び 1.0 % 以下である．

エタノールの量（%）

$$= 15 \times 0.79 \times \{(Q_{Ta} + Q_{Sa2} - 2\ Q_{Sa1}) / 2(Q_{Sa2} - Q_{Sa1})\} \times (1/1000) \times (100/W)$$

W：本品の秤取量（g）

アセトンの量（%）

$$= 3 \times 0.79 \times \{(Q_{Tb} + Q_{Sb2} - 2\ Q_{Sb1}) / 2(Q_{Sb2} - Q_{Sb1})\} \times (1/1000) \times (100/W)$$

W：本品の秤取量（g）

0.79：エタノール（99.5）及びアセトンの密度（g/mL）

内標準溶液 1-プロパノール溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 1 mm，長さ 40 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用多孔性ポリマービーズを固定したもの．

カラム温度：140 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：1-プロパノールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液（2）の気体 1 mL につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，アセトン，内標準物質の順に流出し，エタノールとアセトンの分離度は 4 以上である．

システムの再現性：6 個の標準溶液（2）の気体 1 mL ずつにつき，上記の条件で試験を繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

（4） 類縁物質 別に規定する．

水 分 本品約 0.5 g を精密に量り，15 mL の細口円筒形のゴム栓付きガラス瓶に入れ，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，ゴム栓をアルミニウムキャップで巻き締めて密栓し，試料溶液とする．別に，水 2 g を精密に量り，内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL 及び 10 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する水のピーク面積の比 Q_T，Q_{S1} 及び Q_{S2} を求める．次式により，水の量を求めるとき，5.0 % 以下である．

水分（%）

$$= (W_S / W_T) \times \{(Q_T + Q_{S2} - 2\ Q_{S1}) / 2(Q_{S2} - Q_{S1})\} \times (1/100) \times 100$$

W_S：水の秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 アセトニトリルのメタノール溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：125 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：アセトニトリルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で操作するとき，水，メタノール，内標準物質の順に流出し，水と内標準物質の分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピ

ーク面積に対する水のピーク面積の比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

強熱残分 別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.15 EU/mg（力価）未満．

定 量 法 本品及びパニペネム標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液を加えて 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により調製後 30 分以内に試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

パニペネム（$C_{15}H_{21}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：パニペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *p*-スチレンスルホン酸ナトリウムの pH 7.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ) プロパンスルホン酸緩衝液溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリコンポリマー被覆シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 8.0 の 0.02 mol/L 3-(*N*-モルホリノ)プロパンスルホン酸緩衝液/アセトニトリル混液（50：1）

流量：内標準物質の保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パニペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するパニペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法

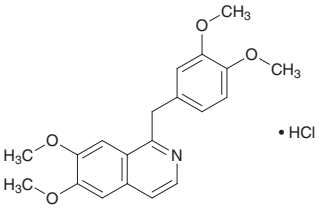
保存条件 −10 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

パパベリン塩酸塩

Papaverine Hydrochloride

塩酸パパベリン



$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$：375.85

6,7-Dimethoxy-1-(3,4-dimethoxybenzyl)isoquinoline monohydrochloride ［*61-25-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，パパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

確認試験

（1） 本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 滴を加えるとき，液は無色～淡黄緑色を呈し，徐々に濃赤色を経て褐色に変わる．

（2） 本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし，酢酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） 本品 1 mg に無水酢酸 3 mL 及び硫酸 5 滴を加えて溶かし，水浴中で 1 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．

（4） 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 145 ～ 148 ℃ である．

（5） 本品の水溶液（1 → 50）にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） モルヒネ 本品 10 mg を水 1 mL に溶かし，1-ニトロソ-2-ナフトール試液 5 mL 及び硝酸カリウム溶液（1 → 10）2 mL を加え，40 ℃ で 2 分間加温する．次に亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 5000）1 mL を加え，40 ℃ で 5 分間加温し，冷後，クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，水層を分取するとき，液の色は微紅色より濃くない．

（3） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.12 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 S 又は P より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.59 mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

パパベリン塩酸塩注射液

Papaverine Hydrochloride Injection

塩酸パパベリン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するパパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl：375.85）を含む．

製 法 本品は「パパベリン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 5.0

確認試験

（1） 本品 1 mL に酢酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品の表示量に従い「パパベリン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜる．ジエチルエーテル層を分取し，水 5 mL で洗った後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 145 ～ 148 ℃ である．

（3） （2）で得た残留物 1 mg ずつをとり，以下「パパベリン塩酸塩」の確認試験（1）及び（3）を準用する．

（4） 本品 2 mL にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし，生じた沈殿をろ過して除く．ろ液を希硝酸で酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のパパベリン塩酸塩（$C_{20}H_{21}NO_4$・HCl）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 10 mL とした後，アンモニア試液を加えてアルカリ性とし，クロロホルム 20 mL，15 mL，10 mL 及び 10 mL で抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，水 10 mL で洗い，洗液は更にクロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上でクロロホルムを留去する．残留物を酢酸（100）30 mL に溶かし，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.79 mg $C_{20}H_{21}NO_4$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．

乾燥はぶウマ抗毒素

Freeze-dried Habu Antivenom, Equine

乾燥はぶ抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のはぶ抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥はぶウマ抗毒素の条に適合する．

性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

沈降はぶトキソイド

Adsorbed Habu-venom Toxoid

本品はハブ（Trimeresurus flavoviridis）の産する毒性物質をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得られたはぶトキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

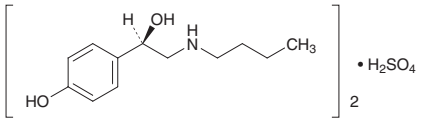
本品は生物学的製剤基準の沈降はぶトキソイドの条に適合する．

性 状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

バメタン硫酸塩

Bamethan Sulfate

硫酸バメタン



及び鏡像異性体

$(C_{12}H_{19}NO_2)_2$・H_2SO_4：516.65

(1*RS*)-2-Butylamino-1-(4-hydroxyphenyl)ethanol hemisulfate ［*5716-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，バメタン硫酸塩〔$(C_{12}H_{19}NO_2)_2$・H_2SO_4〕99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 169 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）1 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 2000）5 mL 及び pH 9.2 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を加えるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度

の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1618 cm^{-1}，1597 cm^{-1}，1518 cm^{-1}，1118 cm^{-1} 及び 833 cm^{-1}，付近に吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 O 1.5 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて 200 mL とする．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 3.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.002 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により，試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に，あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い，クロロホルム/メタノール混液（7：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，15 分間風乾した後，更に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧し，1 分後亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）を均等に噴霧し，直ちにガラスプレートを薄層板の上に置く．30 分後この薄層板を観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.75 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 51.67 mg $(C_{12}H_{19}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

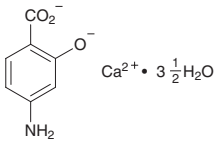
パラアミノサリチル酸カルシウム水和物

Calcium Para-aminosalicylate Hydrate

パスカルシウム

パスカルシウム水和物

パラアミノサリチル酸カルシウム



$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：254.25

Monocalcium（4-amino-2-oxidobenzoate）hemiheptahydrate

［*133-15-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パラアミノサリチル酸カルシウム（$C_7H_5CaNO_3$：191.20）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は白色又はわずかに着色した粉末で，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に褐色になる．

確認試験

（1） 本品 50 mg に水 100 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 3 g に塩化アンモニウム試液 15 mL 及び水 15 mL を加えて水浴上でほとんど溶けるまで加熱する．冷後，ろ過するとき，ろ液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を希硝酸 15 mL 及び水に溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.025 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（5 ppm 以下）．

（4） 3-アミノフェノール 本品 0.10 g に氷水中で冷却した 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 5 mL を加え，激しく振り混ぜて溶かし，直ちに氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜる．次に硫酸 4-アミノ-*N*,*N*-ジエチルアニリン試液 2 mL を加えて振り混ぜ，シクロヘキサン 10.0 mL 及び薄めたヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウ

ム試液（1 → 10）4 mL を加え，直ちに 20 秒間振り混ぜる．この液を遠心分離してシクロヘキサン層を分取し，薄めたアンモニア試液（1 → 14）5 mL ずつで 2 回洗い，無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，澄明なシクロヘキサン層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：3-アミノフェノール 50 mg に水を加えて溶かし，正確に 500 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5.0 mL をとり，氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜ，以下，同様に操作する．

水　分〈*2.48*〉 23.3 ～ 26.3 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，水 60 mL 及び希塩酸 0.75 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 25 mL を加え，次に臭化カリウム溶液（1 → 4）20 mL を加え，更に酢酸（100）/塩酸混液（5：2）14 mL を速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜ 10 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 6 mL を注意して加え，直ちに密栓して穏やかに振り混ぜ，5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 3.187 mg $C_7H_5CaNO_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

Calcium Para-aminosalicylate Granules

パスカルシウム顆粒

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するパラアミノサリチル酸カルシウム水和物（$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$：254.25）を含む．

製　法 本品は「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」50 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え，振り混ぜた後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

粒　度〈*6.03*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を粉末とし，パラアミノサリチル酸カルシウム水和物（$C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$）約 0.2 g に対応する量を精密に量り，水 60 mL 及び希塩酸 0.75 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．ろ液 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下，「パラアミノサリチル酸カルシウム水和物」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 4.238 mg $C_7H_5CaNO_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$

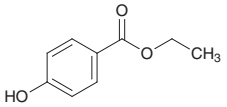
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

パラオキシ安息香酸エチル

Ethyl Parahydroxybenzoate



$C_9H_{10}O_3$：166.17

Ethyl 4-hydroxybenzoate ［*120-47-8*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸エチル（$C_9H_{10}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性　状** 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．◆

確認試験

（1） 本品の融点〈*2.60*〉は 115 ～ 118 ℃ である．

◆（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/

酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

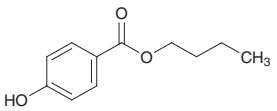
定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 166.2 mg $C_9H_{10}O_3$

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器．◆

パラオキシ安息香酸ブチル

Butyl Parahydroxybenzoate



$C_{11}H_{14}O_3$：194.23

Butyl 4-hydroxybenzoate　［*94-26-8*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸ブチル（$C_{11}H_{14}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1）　本品の融点〈2.60〉は 68 ～ 71 ℃ である．

◆（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2）　酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

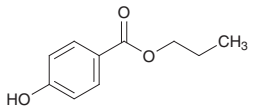
定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$

◆**貯　法　容　　器**　密閉容器．◆

パラオキシ安息香酸プロピル

Propyl Parahydroxybenzoate



$C_{10}H_{12}O_3$：180.20

Propyl 4-hydroxybenzoate　［*94-13-3*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸プロピル（$C_{10}H_{12}O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆**性　状**　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．◆

確認試験

（1）　本品の融点〈2.60〉は 96 ～ 99 ℃ である．

◆（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

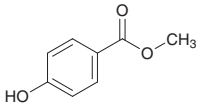
定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 180.2 mg $C_{10}H_{12}O_3$

◆貯 法 容 器　密閉容器．◆

パラオキシ安息香酸メチル

Methyl Parahydroxybenzoate



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 4-hydroxybenzoate ［98-76-3］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，パラオキシ安息香酸メチル（$C_8H_8O_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

◆性 状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい．◆

確認試験

（1） 本品の融点〈2.60〉は 125 ～ 128 ℃ である．

◆（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 5.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 12.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL をとり，水を加えて 1000 mL とする．

（2） 酸　本品 0.20 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，新たに煮沸して冷却した水 5 mL 及びブロモクレゾールグリン・水酸化ナトリウム・エタノール試液 0.1 mL を加える．これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．

◆（3） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をアセトン 25 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．◆

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/水/酢酸（100）混液（70：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え，約 70 ℃ で 1 時間加熱した後，速やかに氷冷する．この液につき，過量の水酸化ナトリウムを第二変曲点まで 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 152.1 mg $C_8H_8O_3$

◆貯 法 容 器　密閉容器．◆

パラフィン

Paraffin

本品は石油から得た固形の炭化水素類の混合物である．

性 状　本品は無色又は白色のやや透明な結晶性の塊で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

比重 d_{20}^{20}：約 0.92〔油脂試験法〈1.13〉の比重（2）を準用

する〕.

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する.

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する.

融　点〈*2.60*〉 50 ～ 75 ℃（第 2 法）.

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 10.0 g に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，水浴中で 5 分間加熱した後，激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する.

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（4） イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，これに水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱するとき，水層は暗褐色を呈しない.

（5） 硫酸呈色物　本品 5.0 g をネスラー管にとり，融点付近で融解し，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加えて，70 ℃ の水浴中で 5 分間加温後取り出す．次に直ちに 3 秒間激しく上下に振り，70 ℃ の水浴中で，1 分間加温する操作を 5 回繰り返すとき，硫酸層の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL，硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL 及び流動パラフィン 5 mL を加え激しく振り混ぜる.

貯　法　容　　器　密閉容器.

流動パラフィン

Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である.

本品には安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる.

性　状　本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない.

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない.

沸点：300 ℃ 以上.

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する.

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する.

比　重〈*2.56*〉 d_{20}^{20}：0.860 ～ 0.890

粘　度〈*2.53*〉 37 mm^2/s 以上（第 1 法，37.8 ℃）.

純度試験

（1） におい　本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない.

（2） 酸又はアルカリ　本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに，0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する.

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）.

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）.

（5） 固形パラフィン　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 50 mL をネスラー管にとり，氷水中で 4 時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない.

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，5 分間放置する.

（6） イオウ化合物　本品 4.0 mL にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない.

（7） 多環芳香族炭化水素　本品 25 mL を 25 mL のメスシリンダーにとり，100 mL の分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL で洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，15 分間放置する．下層を 50 mL の分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン 2 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL を 50 mL の分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により直ちに試験を行うとき，波長 260 ～ 350 nm における試料溶液の吸光度は 0.10 以下である.

（8） 硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱した後，取り出し，直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる．この操

作を引き続き 4 回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL を加えて振り混ぜる．

貯　法　容　　器　気密容器．

軽質流動パラフィン

Light Liquid Paraffin

本品は石油から得た液状の炭化水素類の混合物である．

本品は安定剤として適当な型のトコフェロール 0.001 % 以下を加えることができる．

性　状　本品は無色で，ほとんど蛍光を発しない澄明の油液で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，水又はエタノール (95) にほとんど溶けない．

沸点：300 ℃ 以上．

確認試験

（1） 本品を磁製皿にとり，強く加熱して点火するとき，明るい炎をだして燃え，パラフィン蒸気のにおいを発する．

（2） 本品 0.5 g にイオウ 0.5 g を加え，注意して振り混ぜながら加熱するとき，硫化水素のにおいを発する．

比　重〈*2.56*〉　d^{20}_{20}：0.830 ～ 0.870

粘　度〈*2.53*〉　37 mm^2/s 未満（第 1 法，37.8 ℃）．

純度試験

（1） におい　本品を小ビーカーにとり，水浴上で加熱するとき，異臭を発しない．

（2） 酸又はアルカリ　本品 10 mL に熱湯 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて激しく振り混ぜるとき，赤色を呈しない．また，これに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えて振り混ぜるとき，赤色を呈する．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をるつぼにとり，徐々に加熱して炭化した後，450 ～ 550 ℃ で灰化する．冷後，塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 固形パラフィン　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その 50 mL をネスラー管にとり，氷水中で 4 時間冷却するとき，混濁することがあってもその混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加え，5 分間放置する．

（6） イオウ化合物　本品 4.0 mL にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら，70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗褐色を呈しない．

（7） 多環芳香族炭化水素　本品 25 mL を 25 mL のメスシリンダーにとり，100 mL の分液漏斗に移し，メスシリンダーを吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL で洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，よく振り混ぜる．これに吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，15 分間放置する．下層を 50 mL の分液漏斗に移し，吸収スペクトル用ヘキサン 2 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を試料溶液とする．別に吸収スペクトル用ヘキサン 25 mL を 50 mL の分液漏斗にとり，吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 5.0 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜた後，2 分間静置する．下層を 10 mL の栓付遠心沈殿管に移し，毎分 2500 ～ 3000 回転で約 10 分間遠心分離して得た澄明な液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により直ちに試験を行うとき，波長 260 ～ 350 nm における試料溶液の吸光度は 0.10 以下である．

（8） 硫酸呈色物　本品 5 mL をネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱した後，取り出し，直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる．この操作を引き続き 4 回繰り返すとき，流動パラフィン層は変色しない．また，硫酸層の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.50 mL を加えて振り混ぜる．

貯　法　容　　器　気密容器．

パラホルムアルデヒド

Paraformaldehyde

$(CH_2O)_n$

Poly(oxymethylene)　［*30525-89-4*］

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，わずかにホルムアルデヒド臭があり，加熱するとき，強い刺激性のにおいを発する．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は熱湯，熱希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は約 100 ℃ で昇華する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えて振り混ぜた後，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）3 mL を加えるとき，直ちに器壁に銀鏡を生じる．

（2） 本品 0.02 g にサリチル酸 0.04 g を硫酸 5 mL に溶かした液を加え，徐々に加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 液性　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて 1 分間激し

く振り混ぜ，ろ過するとき，液は中性である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 1.5 g に水 75 mL 及び炭酸ナトリウム試液 7.5 mL を加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた硝酸（3 → 10）を加えて中性とし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 7.5 mL，中性とするのに要した量の薄めた硝酸（3 → 10），希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.006 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g に水 45 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4.5 mL を加えて溶かし，水浴上で加熱して蒸発乾固した後，約 500 ℃ に強熱する．残留物を水 15 mL に溶かし，必要ならばろ過し，薄めた塩酸（3 → 5）を加えて中性とし，5 分間煮沸する．冷後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は炭酸ナトリウム試液 4.5 mL に中性とするのに要した量の薄めた塩酸（3 → 5）及び水 15 mL を加えて 5 分間煮沸し，冷後，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 50 mg を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし，水 40 mL 及び正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加えて密栓し，5 分間放置する．次に希塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し，15 分間放置した後，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.501 mg CH_2O

貯 法 容 器 気密容器．

歯科用パラホルムパスタ

Dental Paraformaldehyde Paste

製 法

パラホルムアルデヒド，細末	35 g
プロカイン塩酸塩，細末	35 g
加水ラノリン	適 量
全 量	100 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は帯黄白色で，特異なにおいがある．

確認試験

（1） 本品 0.15 g にジエチルエーテル 20 mL 及び 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取し，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL にアセチルアセトン試液 10 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱するとき，液は黄色を呈する（パラホルムアルデヒド）．

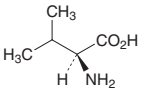
（2） （1）のジエチルエーテル層に希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，水層を分取する．この液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する（プロカイン塩酸塩）．

（3） 本品 0.15 g にジエチルエーテル 25 mL 及び水 25 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取し，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に塩酸プロカイン 0.01 g を水 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

貯 法 容 器 気密容器．

L-バリン

L-Valine



$C_5H_{11}NO_2$：117.15

(2*S*)-2-Amino-3-methylbutanoic acid ［*72-18-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-バリン（$C_5H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘いが，後に苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+26.5 ～ +29.0 °（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

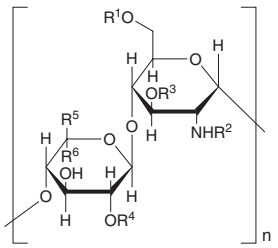
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.72 mg $C_5H_{11}NO_2$

貯 法 容 器 気密容器．

パルナパリンナトリウム

Parnaparin Sodium



R^1, R^3, R^4 = SO_3Na 又は H

R^2 = SO_3Na 又は

R^5 = CO_2Na, R^6 = H
又は
R^5 = H, R^6 = CO_2Na
n = 4－21

本品は健康なブタの腸粘膜から得たヘパリンナトリウムを過酸化水素及び酢酸第二銅を用いて分解して得た低分子ヘパリンナトリウムで，質量平均分子量は 4500 ～ 6500 である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり，抗第 Xa 因子活性 70 ～ 95 低分子量ヘパリン単位を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）0.1 mL を，トルイジンブルー O 溶液（1 → 100000）10 mL に加えて振り混ぜるとき，液の色は青色から，直ちに紫色に変わる．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 8.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

分 子 量 本品は次の方法により分子量を測定するとき，質量平均分子量は 4500 ～ 6500 である．

（i） 検量線の作成 低分子量ヘパリン標準品 20 mg を移動相 2.0 mL に溶かし，標準溶液とする．標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さを H_{UV}，示差屈折計から得たクロマトグラムにおけるピークの高さを H_{RI} とし，対応する各ピークの吸光度に対する示差屈折強度の比 H_{RI}/H_{UV} を求める．紫外吸光光度計から得たクロマトグラムにおける低分子量側から 4 番目のピークの分子量を 2400 とし，この値をそのピークの H_{RI}/H_{UV} で除し，得られた値を標準化係数とする．標準化係数を各ピークの H_{RI}/H_{UV} に乗じ，得られた値をそれぞれのピークの分子量とする．各ピークの分子量の対数と，示差屈折計から得られたクロマトグラムにおけるピーク保持時間との関係から検量線を作成する．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：234 nm）及び示差屈折計

カラム：内径 7.5 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんしたものを 2 本連結する．ただし，1 本は排除限界分子量が約 500000 のものを，1 本は排除限界分子量が約 100000 のものを用い，ポンプ，排除限界分子量約 500000 のカラム，排除限界分子量約 100000 のカラム，紫外吸光光度計，示差屈折計の順に接続する．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：無水硫酸ナトリウム 28.4 g を水 1000 mL に溶かし，0.05 mol/L 硫酸試液で pH 5.0 に調整する．

流量：毎分 0.5 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，紫外吸光光度計及び示差屈折計から得られたクロマトグラムにおいて，それぞれ 10 個以上のピークが認められるものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，低分子量側から 4 番目のピークの高さ（H_{UV} 及び H_{RI}）の標準偏差は 3.0

% 以下である．

（ii） 分子量の測定　本品 20 mg を移動相 2.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．保持時間 30 ～ 45 分の間に認められる主ピークにつき，ピークの出始めから終わりまでを 30 秒間隔で分割し，各画分の示差屈折強度を求める．次に各画分の分子量を，あらかじめ作成した検量線を用いて計算する．各画分の示差屈折強度及び分子量から，ピーク全体の質量平均分子量を次式により求める．

質量平均分子量 $= \Sigma(n_i \cdot M_i) / \Sigma n_j$

n_i：主ピークの i 番目の画分の示差屈折強度
M_i：主ピークの i 番目の画分の分子量
Σn_j：主ピークの分子量 1500 ～ 10000 の画分の示差屈折強度の合計

試験条件
検出器：示差屈折計
カラム，カラム温度，移動相及び流量は（i）検量線の作成の試験条件を準用する．

システム適合性
（i）検量線の作成のシステム適合性を準用する．

分子量分布　本品は，分子量の項の方法により分子量を測定し，次式により分子量分布を求めるとき，全分子の 80 % 以上が分子量 1500 ～ 10000 である．

分子量分布（%）$= (\Sigma n_j / \Sigma n_i) \times 100$

Σn_i：主ピークの i 番目の画分の示差屈折強度
Σn_j：主ピークの分子量 1500 ～ 10000 の画分の示差屈折強度の合計

硫酸エステル化の度合　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，強塩基性イオン交換樹脂 5 mL で処理した後，強酸性イオン交換樹脂 10 mL で処理する．この液に水を加えて 50 mL とした後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．得られた当量点から次式により硫酸エステル化の度合を求めるとき，2.0 ～ 2.4 である．

硫酸エステル化の度合
= 第一当量点（mL）/［第二当量点（mL）
− 第一当量点（mL）］

総 窒 素　本品を乾燥し，その約 0.10 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 1.9 ～ 2.3 % である．

抗第 IIa 因子活性　本品は次の方法により抗第 IIa 因子活性を測定するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 中 35 ～ 60 低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）を含む．

（i） 標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 0.1，0.2 及び 0.3 低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）を含むように調製する．

（ii） 試料溶液　本品約 50 mg を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 4 μg を含むように調製する．

（iii） 操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に 0.10 mL ずつ入れ，更にそれぞれにヒト正常血漿 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1 ℃ に正確に 1 分間保つ．次にそれぞれの試験管に，あらかじめ 37±1 ℃ に保った活性部分トロンボプラスチン時間測定用試液 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1 ℃ に正確に 5 分間保つ．その後それぞれの試験管に，あらかじめ 37±1 ℃ に保った塩化カルシウム溶液（277 → 100000）0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，同時に秒時計を動かし，37±1 ℃ に保ち，フィブリンの凝固が起こるまでの時間を測定する．

（iv） 計算法　それぞれの標準溶液から得た液の凝固時間から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）数を求め，次式により 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位（抗第 IIa 因子活性）数を求める．

本品 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第IIa 因子活性）数
= 試料溶液 1 mL 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第 IIa 因子活性）数 × (b / a)

a：本品の秤取量（mg）
b：試料溶液を調製したときの全容量（mL）

抗第 Xa 因子活性・抗第 IIa 因子活性比　定量法で得た抗第 Xa 因子活性を，抗第 IIa 因子活性で得た抗第 IIa 因子活性で除し，抗第 Xa 因子活性・抗第 IIa 因子活性比を求めるとき 1.5 ～ 2.5 である．

定 量 法

（i） 標準溶液　低分子量ヘパリン標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 0.4，0.6 及び 0.8 低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）を含むように調製する．

（ii） 試料溶液　本品約 50 mg を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 7 μg を含むように調製する．

（iii） 操作法　プラスチック製試験管に，試料溶液及び標準溶液を別々に 0.10 mL ずつ入れ，更にそれぞれに pH 8.4 のトリス緩衝液 0.70 mL，アンチトロンビンⅢ溶液 0.10 mL 及びヒト正常血漿 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，これらの液を別々に 0.20 mL ずつ入れ，37±1 ℃ に正確に 3 分間保つ．次にそれぞれの試験管に，第 Xa 因子試液 0.10 mL ずつを加え，混ぜ合せ，37±1 ℃ に正確に 30 秒間保った後，直ちに発色性合成基質溶液（3 → 4000）0.20 mL ずつを加え，混ぜ合わせ，更に 37±1 ℃ に正確に 3 分間保つ．その後それぞれの試験管に薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.30 mL ずつを加えて反応を停止させる．別にプラスチック製試験管に生理食塩液 0.10 mL をとり，pH 8.4 のトリス緩衝液 0.70 mL，アンチトロンビンⅢ試液 0.10 mL 及びヒト正常血漿 0.10 mL を加え，混ぜ合わせる．別のプラスチック製試験管に，この液 0.20 mL をとり，水 0.30 mL 及び薄めた酢酸（100）（1 → 2）0.30 mL を加え，混ぜ合わせる．この液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 405 nm における吸光度を測定する．

（iv） 計算法　それぞれの標準溶液から得た液の吸光度と濃度の対数から作成した検量線を用いて，試料溶液の低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）数を求め，次式に従

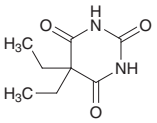
って 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位（抗第 Xa 因子活性）数を計算する．

本品 1 mg 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第 Xa 因子活性）数
= 試料溶液 1 mL 中の低分子量ヘパリン単位
（抗第 Xa 因子活性）数 ×（b / a）

a：本品の秤取量（mg）
b：試料溶液を調製したときの全容量（mL）

貯 法 容 器 密封容器．

バルビタール
Barbital



$C_8H_{12}N_2O_3$：184.19
5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione
［*57-44-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，バルビタール（$C_8H_{12}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はクロロホルムに溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2） 本品 0.05 g を薄めたピリジン（1 → 10）5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，赤紫色の沈殿を生じる．また，これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色を呈する．別に本品 0.05 g をとり，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に赤紫色の沈殿を生じ，この沈殿は振り混ぜるとき，クロロホルムに溶けない．

（3） 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 192 ～ 196 ℃ である．

融 点〈*2.60*〉 189 ～ 192 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） 硫酸呈色物〈*1.15*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

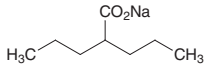
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，エタノール（95）5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 18.42 mg $C_8H_{12}N_2O_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

バルプロ酸ナトリウム
Sodium Valproate



$C_8H_{15}NaO_2$：166.19
Monosodium 2-propylpentanoate ［*1069-66-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，バルプロ酸ナトリウム（$C_8H_{15}NaO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，ギ酸，エタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200）1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び

N,N′−ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に硝酸コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴上で加温するとき，紫色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，クロロホルム 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜる．静置後，クロロホルム層を分取し，無水硫酸ナトリウムで脱水し，ろ過する．ろ液の溶媒を留去し，残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をエタノール（95）25 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール（95）25 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.050 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.5 g をエタノール（95）25 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にエタノール（95）25 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし，希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，アンモニア試液で中和した後，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ギ酸/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：145 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：バルプロ酸の保持時間が 6 ～ 10 分になるように調整する．

カラムの選定：試料溶液 1 mL と *n*−吉草酸のギ酸/クロロホルム混液（1：1）溶液（1 → 1000）4 mL を混和する．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，*n*−吉草酸，バルプロ酸の順に流出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たバルプロ酸のピーク高さが 4 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルプロ酸の保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.62 mg $C_8H_{15}NaO_2$

貯法 容器 気密容器．

バレイショデンプン

Potato Starch

AMYLUM SOLANI

バレイショ澱粉

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はジャガイモ *Solanum tuberosum* Linné（*Solanaceae*）の塊茎から得たでんぷんである．

◆**性状** 本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．◆

確認試験

（1） 本品は，水/グリセリン混液（1：1）を加え光学顕微鏡を用いて鏡検するとき，通例，直径 30 ～ 100 μm，しばしば 100 μm 以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は 10 ～ 35 μm の大きさの円形の粒を認める．まれに，2 ～ 4 個の粒からなる複粒を認める．卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり，円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある．すべての粒子は顕著な層紋を認める．交叉した偏光プリズム間では，本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す．

（2） 本品 1 g に水 50 mL を加えて 1 分間煮沸し，放冷するとき，薄く白濁したのり状の液となる．

（3） （2）ののり状の液 1 mL に薄めたヨウ素試液（1 →

10）0.05 mL を加えるとき，だいだい赤色～暗青紫色を呈し，加熱するとき，消える．

pH〈2.54〉 本品 5.0 g を非金属製の容器にとり，新たに煮沸して冷却した水 25.0 mL を加え，穏やかに 1 分間かき混ぜ，懸濁液とした後，15 分間静置したときの pH は 5.0 ～ 8.0 である．

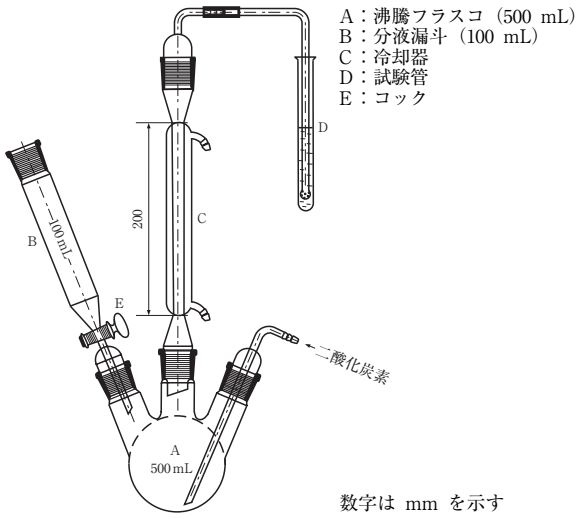
純度試験

（1） 鉄 本品 1.5 g に 2 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，振り混ぜた後，ろ過し，検液とする．鉄標準液 2.0 mL をとり，水を加えて 20 mL とし，比較液とする．検液及び比較液 10 mL を試験管にとり，クエン酸溶液（1 → 5）2 mL 及びメルカプト酢酸 0.1 mL を加え，混和する．これらの液にリトマス紙が明らかにアルカリを呈するまでアンモニア水（28）を加えた後，水を加えて 20 mL とし，混和する．これらの液 10 mL を試験管にとり，5 分間放置した後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（10 ppm 以下）．

（2） 酸化性物質 本品 4.0 g に水 50.0 mL を加え，5 分間振り混ぜた後，遠心分離する．澄明な上澄液 30.0 mL に酢酸（100）1 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 ～ 1.0 g を加え，振り混ぜた後，暗所に 25 ～ 30 分間静置する．デンプン試液 1 mL を加え，0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で無色になるまで滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は，1.4 mL 以下である（過酸化水素に換算すると，20 ppm 以下）．

（3） 二酸化イオウ

（i） 装置 図に示すものを用いる．



（ii） 操作法 水 150 mL を沸騰フラスコにとり，分液漏斗のコックを閉め，二酸化炭素を毎分 100±5 mL の流速で装置に流す．冷却器の冷却液を流し，過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 10 mL を受け側の試験管に加える．15 分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，分液漏斗を沸騰フラスコから取り外し，本品約 25 g を精密に量り，水 100 mL を用いて沸騰フラスコに移す．分液漏斗の連結部外面にコック用グリースを塗付し，分液漏斗を沸騰フラスコの元の場所に装着する．分液漏斗のコックを閉め，2 mol/L 塩酸試液 80 mL を分液漏斗に加えた後，コックを開けて沸騰フラスコに流し込み，二酸化イオウが分液漏斗に逃げないように最後の数 mL が流れ出る前にコックを閉める．装置を水浴中に入れ，混合液を 1 時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で 15 分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液 0.1 mL を加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも 20 秒間持続するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化イオウの量を求めるとき，50 ppm 以下である．

二酸化イオウの量（ppm）＝（V / W）× 1000 × 3.203

W：本品の秤取量（g）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

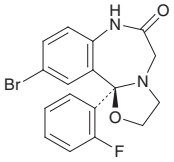
乾燥減量〈2.41〉 20.0 % 以下（1 g，130 ℃，90 分間）．

強熱残分〈2.44〉 0.6 % 以下（1 g）．

◆**貯 法 容 器** 密閉容器．◆

ハロキサゾラム

Haloxazolam



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$：377.21

(11b*RS*)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2,3,7,11b-tetrahydro[1,3]oxazolo[3,2-*d*][1,4]benzodiazepin-6(5*H*)-one ［*59128-97-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロキサゾラム（$C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 183 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をメタノール 10 mL に溶かし，塩酸 1 滴を加えた後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき，液の蛍光は直ちに消える．

（2） 本品 0.05 g をとり，希水酸化ナトリウム試液 20 mL 及び過酸化水素（30）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は臭化物及びフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，

本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（247 nm）：390 ～ 410（10 mg，メタノール，1000 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g をエタノール（99.5）20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈1.03〉を準用する．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて加熱し，これを 2 回繰り返し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない（2 ppm 以下）．

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし，以下検液の試験と同様に操作する．

（5）類縁物質 本品 0.10 g をアセトニトリル 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のハロキサゾラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ホウ酸 6.2 g 及び塩化カリウム 7.5 g を水 900 mL に溶かし，トリエチルアミンで pH を 8.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：ハロキサゾラムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロキサゾラムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たハロキサゾラムのピーク面積が，標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びクロキサゾラム 10 mg ずつをアセトニトリル 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロキサゾラム，クロキサゾラムの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ハロキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.72 mg $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ハロタン

Halothane

及び鏡像異性体

$C_2HBrClF_3$：197.38

(2*RS*)−2−Bromo−2−chloro−1, 1, 1−trifluoroethane ［*151−67−7*］

本品は安定剤として「チモール」0.008 ～ 0.012 % を含む．

性 状 本品は無色澄明の流動しやすい液である．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又はイソオクタンと混和する．

本品は水に溶けにくい．

本品は揮発性で，引火性はなく，加熱したガスに点火しても燃えない．

本品は光によって変化する．

屈折率 n^{20}_{D}：1.369 ～ 1.371

確認試験 本品約 3 μL を 10 cm の長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の気体試料測定法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

比 重〈2.56〉 d^{20}_{20}：1.872 ～ 1.877

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却

した水 60 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の色は赤紫色である．また，試料溶液 20 mL にブロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.6 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） ハロゲン化物及びハロゲン （1）の試料溶液 5 mL に硝酸 1 滴及び硝酸銀試液 0.20 mL を加えるとき，液は濁らない．また，（1）試料溶液 10 mL にヨウ化カリウム試液 1 mL 及びデンプン試液 2 滴を加え 5 分間放置するとき，液は青色を呈しない．

（3） ホスゲン 本品 50 mL を 300 mL の乾燥した三角フラスコにとり，栓をし，ホスゲン紙を栓から垂直に下げ，下端を液面上 10 mm の高さに保ち，暗所に 20 ～ 24 時間放置するとき，試験紙は黄変しない．

（4） 蒸発残留物 本品 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（5） 揮発性類縁物質 本品 100 mL をとり，内標準物質 5.0 μL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ハロタン及び内標準物質以外のピークの合計面積は内標準物質のピーク面積より大きくない．

内標準物質 1,1,2-トリクロロ-1,2,2-トリフルオロエタン

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ 3 m の管の注入口側 2 m にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 400 を 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんし，残りの 1 m にはフタル酸ジノニルを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が 2 ～ 3 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 3 mL と内標準物質 1 mL を混和する．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ハロタンの順に流出し，その分離度が 10 以上のものを用いる．

検出感度：試料溶液 5 μL から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ～ 70 % になるように調整する．

面積測定範囲：ハロタンの保持時間の約 3 倍の範囲

蒸留試験〈2.57〉 49 ～ 51 ℃ において，1 ℃ の範囲で 95 vol % 以上留出する．

チモール量 本品 0.50 mL にイソオクタン 5.0 mL 及び酸化チタン（Ⅳ）試液 5.0 mL を加え，30 秒間激しく振り混ぜ，放置するとき，上層の液の色の濃さは次の比較液 A より濃く，比較液 B より濃くない．

比較液：定量用チモール 0.225 g をイソオクタンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液各 10 mL をそれぞれ正確に量り，イソオクタンを加えて正確に 150 mL 及び 100 mL とする．これらの液それぞれ 0.50 mL につき，本品と同様に操作し，上層の液を比較液 A 及び B とする．

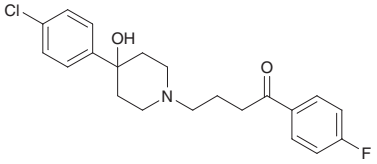
貯 法

保存条件 遮光して，30 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

ハロペリドール

Haloperidol



$C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86

4-[4-(4-Chlorophenyl)-4-hydroxypiperidin-1-yl]-1-(4-fluorophenyl)butan-1-one ［52-86-8］

本品を乾燥したものは定量するとき，ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，2-プロパノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 30 mg を 2-プロパノール 100 mL に溶かす．この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び 2-プロパノールを加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 149 ～ 153 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 25 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマ

トグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のハロペリドール以外のピークの面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のハロペリドール以外のピークの合計面積は，標準溶液のハロペリドールのピーク面積の 2 倍より大きくない．ただし，ハロペリドールに対する相対保持時間約 0.5 のピークの面積，相対保持時間約 1.2 のピークの面積及び相対保持時間約 2.6 のピークの面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 0.75，1.47 及び 0.76 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95 g を水 900 mL に溶かし，希塩酸を加えて pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にメタノール 700 mL を加え，更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を加えて溶かす．

流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からハロペリドールの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 μL から得たハロペリドールのピーク面積が，標準溶液のハロペリドールの面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドールの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ハロペリドールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，酸化リン（V），3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 37.59 mg $C_{21}H_{23}ClFNO_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ハロペリドール錠

Haloperidol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$：375.86）を含む．

製 法 本品は「ハロペリドール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ハロペリドール」6 mg に対応する量をとり，2-プロパノール 70 mL を加え，水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する．冷後，2-プロパノールを加えて 100 mL とした後，遠心分離し，上澄液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び 2-プロパノールを加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 223 nm 及び 243 ～ 247 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，移動相 5 mL を加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，移動相 30 mL を加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら 30 分間抽出し，更に 30 分間振り混ぜた後，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）約 0.3 mg に対応する量の上澄液 V mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 15 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / V) \times (3 / 4)$

W_S：定量用ハロペリドールの秤取量（mg）

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液（1 → 6700）

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性 別に規定する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉

末とする．ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，水 10 mL を加え，超音波処理を行い，粒子を小さく分散させた後，内標準溶液 20 mL を正確に加え，超音波処理を行い，時々振り混ぜながら 30 分間抽出し，移動相を加えて 100 mL とする．更に 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ハロペリドールを酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃で 3 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ハロペリドール（$C_{21}H_{23}ClFNO_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (2/5)$

W_S：定量用ハロペリドールの秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルのメタノール溶液（1 → 2000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95 g を水 900 mL に溶かし，希塩酸を加え，pH 3.5 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液 250 mL にメタノール 750 mL を加え，更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を加えて溶かす．
流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ハロペリドール，ジフェニルの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するハロペリドールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法
保存条件　剤皮を施していないものは遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

パンクレアチン
Pancreatin

本品は食用獣，主としてブタの膵臓から製したもので，でんぷん消化力，たん白消化力及び脂肪消化力がある酵素剤である．

本品は 1 g 当たり 2800 でんぷん糖化力単位以上，28000 たん白消化力単位以上及び 960 脂肪消化力単位以上を含む．

本品は通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末で，特異なにおいがある．

純度試験
（1）　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．
（2）　脂肪　本品 1.0 g にジエチルエーテル 20 mL を加え，時々振り混ぜ 30 分間抽出した後，ろ過し，ジエチルエーテル 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 20 mg 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　4.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），24 時間）．

強熱残分〈2.44〉　5 % 以下（1 g）．

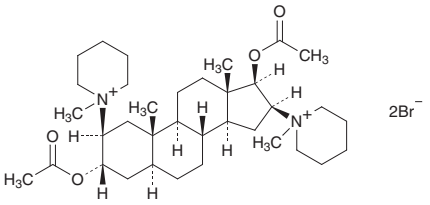
定 量 法
（1）　でんぷん消化力〈4.03〉
（i）　基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．ただし，pH 5.0 の 1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL の代わりにパンクレアチン用リン酸塩緩衝液 10 mL を加える．
（ii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．
（iii）　操作法　消化力試験法（1）でんぷん消化力試験法（i）でんぷん糖化力測定法により操作する．
（2）　たん白消化力〈4.03〉
（i）　基質溶液　消化力試験法（2）たん白消化力試験法の基質溶液 2 を用いる．ただし，pH は 8.5 に調整する．
（ii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，さらに氷冷した水を加えて正確に 200 mL とする．
（iii）　操作法　消化力試験法（2）たん白消化力試験法により操作する．ただし，沈殿試液はトリクロロ酢酸試液 B を用いる．
（3）　脂肪消化力〈4.03〉
（i）　乳化液　ポリビニルアルコールⅠ 18 g 及びポリビニルアルコールⅡ 2 g を量り，消化力試験法（3）脂肪消化力試験法により調製する．
（ii）　基質溶液　消化力試験法（3）脂肪消化力試験法に規定するものを用いる．
（iii）　試料溶液　本品約 0.1 g を精密に量り，適量の氷冷した水を加えて振り混ぜ，更に氷冷した水を加えて正確に 100 mL とする．
（iv）　操作法　消化力試験法（3）脂肪消化力試験法により操作する．ただし，緩衝液は pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を用いる．

貯　法
保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

パンクロニウム臭化物

Pancuronium Bromide

臭化パンクロニウム



$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$：732.67

1,1′-(3α,17β-Diacetoxy-5α-androstan-2β,16β-diyl)bis(1-methylpiperidinium) dibromide ［*15500-66-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンクロニウム臭化物（$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品の水溶液（1 → 100）は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉$[\alpha]_D^{20}$：＋38 ～ ＋42°（脱水物に換算したもの 0.75 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品の水溶液（1 → 100）の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）類縁物質　本品 50 mg をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用臭化ダクロニウム 5 mg を正確に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-プロパノール/アセトニトリル/ヨウ化ナトリウム溶液（1 → 5）混液（17：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに亜硝酸ナトリウムのメタノール溶液（1 → 100）を均等に噴霧し，2 分間放置した後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　8.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.2 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.63 mg $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$

貯　法

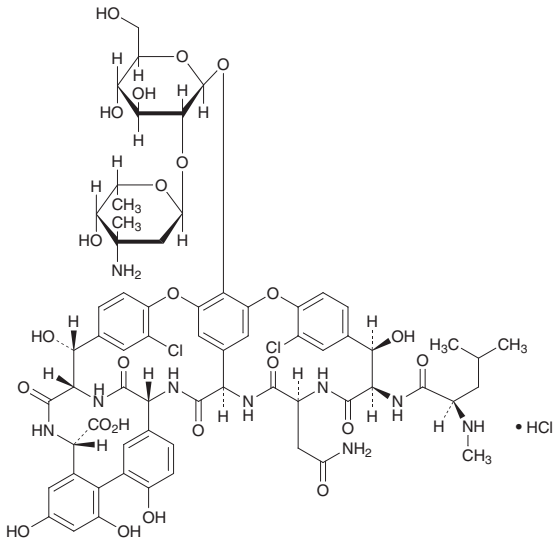
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride

塩酸バンコマイシン



$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$・HCl：1485.71

(1*S*,2*R*,18*R*,19*R*,22*S*,25*R*,28*R*,40*S*)-50-[3-Amino-2,3,6-trideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*lyxo*-hexopyranosyl-(1→2)-β-D-glucopyranosyloxy]-22-carbamoylmethyl-5,15-dichloro-2,18,32,35,37-pentahydroxy-19-[(2*R*)-4-methyl-2-(methylamino)pentanoylamino]-20,23,26,42,44-pentaoxo-7,13-dioxa-21,24,27,41,43-pentaazaoctacyclo[26.14.2.2^{3,6}.2^{14,17}.1^{8,12}.1^{29,33}.0^{10,25}.0^{34,39}]pentaconta-3,5,8,10,12(50),14,16,29,31,33(49),34,36,38,45,47-pentadecaene-40-carboxylic acid monohydrochloride ［*1404-93-9*］

本品は，*Streptomyces orientalis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1000 ～ 1200 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，バンコマイシン（$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，

メタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はバンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 20 mg をとり，水 10 mL に溶かした後，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−30 ～ −40°（脱水物に換算したもの 0.2 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．必要ならば，移動相 A の 20 μL につき，同様に操作し，溶媒のピーク及びベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のバンコマイシンのピーク以外の各々のピーク面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のバンコマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のバンコマイシンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：pH 3.2 のトリエチルアミン緩衝液/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液（92：7：1）．なお，バンコマイシンの保持時間が 7.5 ～ 10.5 分になるようにアセトニトリルの比率を調整する．

移動相 B：pH 3.2 のトリエチルアミン緩衝液/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液（70：29：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 12	100	0
12 ～ 20	100 → 0	0 → 100
20 ～ 22	0	100

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバンコマイシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たバンコマイシンのピーク面積が，試料溶液のバンコマイシンのピーク面積の 3 ～ 5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg を水 10 mL に溶かし，65 ℃ で 48 時間加温した後，常温に冷却する．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，類縁物質 1，バンコマイシン及び類縁物質 2 の順に溶出し，類縁物質 1 とバンコマイシンの分離度は 3 以上で，バンコマイシンのピークの理論段数は 1500 段以上で，類縁物質 2 は 15 ～ 18 分に溶出する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，バンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH は 6.2 ～ 6.4 とする．

（iii） 標準溶液 バンコマイシン塩酸塩標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

注射用バンコマイシン塩酸塩

Vancomycin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸バンコマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するバンコマイシン（$C_{66}H_{75}Cl_2N_9O_{24}$：1449.25）を含む．

製　法　本品は「バンコマイシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」5 mg（力価）に対応する量を水 50 mL に溶かした液につき紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」20 mg（力価）に対応する量をとり，水 10 mL に溶かした後，硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.5 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 465 nm における吸光度は，0.05　以下である．

（2）　類縁物質　本品の表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」0.1 g（力価）に対応する量を移動相 A 10 mL に溶かし，試料溶液とする．以下「バンコマイシン塩酸塩」の純度試験（2）を準用する．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（3：1）を用いる）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

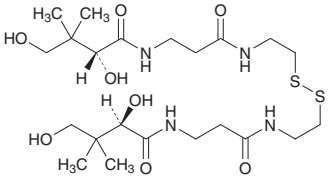
（i）　試験菌，培地及び標準溶液は，「バンコマイシン塩酸塩」の定量法を準用する．

（ii）　試料溶液　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「バンコマイシン塩酸塩」約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg（力価）及び 25 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容　器　密封容器．

パンテチン

Pantethine



$C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$：554.72

Bis(2-{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoylamino}ethyl) disulfide

［*16816-67-4*］

本品はパンテチン 80 % を含む水溶液である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，パンテチン（$C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の粘性の液である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）と混和する．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品 0.7 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品 0.7 g に水 3 mL を加えて振り混ぜた後，亜鉛粉末 0.1 g 及び酢酸（100）2 mL を加えて 2 ～ 3 分間煮沸する．冷後，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（3）　本品 1.0 g に水 500 mL を加えて振り混ぜる．この液 5 mL に 1 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの水酸化ナトリウム試液溶液（3 → 140）7 mL を加え，5 分間放置する．次に 2,4-ジニトロフェノール試液 3 滴を加え，1 mol/L 塩酸試液を液が無色となるまで滴加した後，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：+15.0 ～ +18.0°（脱水物に換算したもの 1 g，水，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.6 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和 2-ブタノンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に約 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4）　メルカプト化合物　本品 1.5 g に水 20 mL を加え

て振り混ぜ，アンモニア試液 1 滴及びペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

水　分〈*2.48*〉 18 ～ 22 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，水を加えて混和し，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 25 mL を加え，更に水 100 mL を加える．これに薄めた硫酸（1 → 5）5 mL を速やかに加え，直ちに密栓し，時々振り混ぜ 40 ～ 50 ℃で 15 分間加温する．冷後，ヨウ化カリウム溶液（2 → 5）5 mL を注意して加え，直ちに密栓して振り混ぜた後，水 100 mL を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 5.547 mg $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$

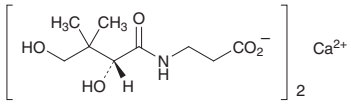
貯　法

保存条件　遮光して，10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

パントテン酸カルシウム

Calcium Pantothenate



$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$：476.53

Monocalcium bis{3-[(2*R*)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate}　［*137-08-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，窒素（N：14.01）5.7 ～ 6.0 % 及びカルシウム（Ca：40.08）8.2 ～ 8.6 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 9.0 である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，ろ過する．ろ液に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は濃青色を呈する．

（2） 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて 1 分間煮沸し，冷後，薄めた塩酸（1 → 10）を加えて液の pH を 3 ～ 4 とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋25.0 ～ ＋28.5 °（乾燥後，1 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液は，無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） アルカロイド　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，七モリブデン酸六アンモニウム試液 0.5 mL 及びリン酸溶液（1 → 10）0.5 mL を加えるとき，液は白色の混濁を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法

（1） 窒素　本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

（2） カルシウム　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 30 mL を加え加温して溶かし，冷後，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，更に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加えた後，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は液の青紫色が赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 2.004 mg Ca

貯　法　容　　器　気密容器．

沈降 B 型肝炎ワクチン

Adsorbed Hepatitis B Vaccine

本品は B 型肝炎ウイルスの表面抗原を含む液にアルミニウム塩を加えて B 型肝炎ウイルスの表面抗原を不溶性とした液状の注射剤である．

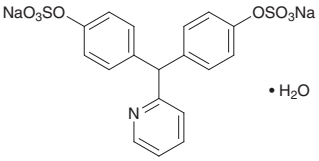
本品は生物学的製剤基準の沈降 B 型肝炎ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ピコスルファートナトリウム水和物

Sodium Picosulfate Hydrate

ピコスルファートナトリウム



$C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$：499.42

Disodium 4,4′-(pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl sulfate) monohydrate ［*10040-45-6*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピコスルファートナトリウム（$C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$：481.41）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光により徐々に着色する．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.4 ～ 9.4 である．

確認試験

（1）　本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を加えて混合し，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2）　本品 0.2 g に希塩酸 5 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を 105 ℃，減圧で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（263 nm）：120 ～ 130（脱水物換算，4 mg，水，100 mL）．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.40 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.042 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6）　類縁物質　本品 0.25 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（74：20：19）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，酢酸（100）7 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 48.14 mg $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$

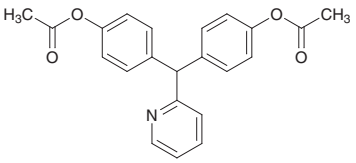
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビサコジル

Bisacodyl



$C_{22}H_{19}NO_4$：361.39

4,4′-(Pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl acetate)

［*603-50-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ビサコジル（$C_{22}H_{19}NO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，アセトンにやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを又はビサコジル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の

臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したビサコジル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 132 ～ 136 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.012 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.017 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 36.14 mg $C_{22}H_{19}NO_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

ビサコジル坐剤

Bisacodyl Suppositories

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するビサコジル（$C_{22}H_{19}NO_4$：361.39）を含む．

製　法　本品は「ビサコジル」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ビサコジル」6 mg に対応する量をとり，エタノール（95）20 mL を加え，水浴上で 10 分間加温した後，10 分間激しく振り混ぜ，更に氷水中で 1 時間放置する．次に遠心分離し，その上澄液を更にろ過し，そのろ液 2 mL にエタノール（95）を加えて 20 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

（2） （1）のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品 6 mg をエタノール（95）20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液（1：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．ビサコジル（$C_{22}N_{19}NO_4$）約 10 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液を 30 分間氷冷した後，遠心分離し，上澄液を孔径 0.5 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にビサコジル標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ビサコジル（$C_{22}N_{19}NO_4$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ビサコジル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル溶液（3 → 100000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.01 mol/L クエン酸試液/アセトニトリル/メタノール混液（2：1：1）

流量：ビサコジルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ビサコジルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器.

乾燥 BCG ワクチン
Freeze-dried BCG Vaccine (for Percutaneous Use)

本品は用時溶解して用いる注射剤である.

本品は生きたカルメット・ゲラン菌を含む.

本品は生物学的製剤基準の乾燥 BCG ワクチンの条に適合する.

性　状　本品は溶剤を加えるとき，白色～淡黄色の混濁した液となる.

ビタミン A 油
Vitamin A Oil

本品は合成のエステル型ビタミン A に植物油を加えて希釈したものである.

本品は 1 g につきビタミン A 30000 単位以上を含む.

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる.

本品は定量するとき表示単位の 90.0 ～ 120.0 % を含む.

性　状　本品は黄色～黄褐色の澄明又はわずかに混濁した油液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある.

本品は空気又は光によって分解する.

確認試験　本品，レチノール酢酸エステル標準品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ 15000 単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液（1）又は標準溶液（2）から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい.

純度試験

（1）　酸　本品 1.2 g に中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1：1）30 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに煮沸して溶かし，冷後，フェノールフタレイン試液 5 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は赤色である.

（2）　変敗　本品を加温するとき，不快な敗油性のにおいを発しない.

定 量 法　ビタミン A 定量法〈*2.55*〉の第 1 法 -1 により試験を行う.

貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して保存する.

容　　器　気密容器.

ビタミン A 油カプセル
Vitamin A Oil Capsules
ビタミン A カプセル

本品は定量するとき，表示されたビタミン A 単位の 90.0 ～ 130.0 % を含む.

製　法　本品は「ビタミン A 油」をとり，カプセル剤の製法により製する.

性　状　本品の内容物を取り出し，試験するとき，「ビタミン A 油」の性状に適合する.

確認試験　本品の内容物を取り出し，「ビタミン A 油」の確認試験を準用する.

定 量 法　本品 20 個をとり，その質量を精密に量り，カプセルを切り開き，内容物を取り出し，カプセルを少量のジエチルエーテルでよく洗い，室温で放置してジエチルエーテルを除いた後，質量を精密に量る．カプセル内容物につき，ビタミン A 定量法〈*2.55*〉により試験を行い，本品 1 カプセル中のビタミン A 単位を求める．ただし，第 1 法 -1 を適用する場合，レチノール酢酸エステル又はレチノールパルミチン酸エステルのうち，いずれのエステル型ビタミン A であるか確認しておく.

貯　法

保存条件　遮光して保存する.

容　　器　密閉容器.

複方ビタミン B 散
Compound Vitamin B Powder

製　法

チアミン硝化物	10 g
リボフラビン	10 g
ピリドキシン塩酸塩	10 g
ニコチン酸アミド	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する.

性　状　本品はだいだい黄色で，味はわずかに苦い.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品 2 g に水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過する．ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線下で観察するとき，2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にするとき，消え，アルカリ性に戻すとき，再び現れる（チアミン）.

（2）　本品 0.1 g に水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，次の試験を行う（リボフラビン）.

（i）　ろ液は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウ

ム試液を滴加するとき，消える．

（ii） ろ液 10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で，10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品 1 g に薄めたエタノール（7 → 10）100 mL を加えて振り混ぜてろ過する．ろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び二酸化マンガン 40 mg を加え，水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液 1 mL に 2-プロパノール 5 mL を加えて試料溶液とする．この液 3 mL にバルビタール緩衝液 2 mL，2-プロパノール 4 mL 及び新たに製した 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 4000）2 mL を加えるとき，液は青色を呈する．また，試料溶液 1 mL にホウ酸飽和溶液 1 mL を加えた後，同様の操作を行うとき，液は青色を呈しない（ピリドキシン）．

（4） 本品 0.5 g をとり，エタノール（95）10 mL を加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 1 mL を水浴上で蒸発乾固する．残留物に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を加え，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は赤色を呈する（ニコチン酸アミド）．

（5） 本品 1 g に薄めたエタノール（7 → 10）5 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸チアミン，リボフラビン，塩酸ピリドキシン及びニコチン酸アミド 0.01 g ずつをそれぞれ水 1 mL，50 mL，1 mL 及び 1 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）/酢酸（100）混液（100：50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た 4 個のスポットは，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい．

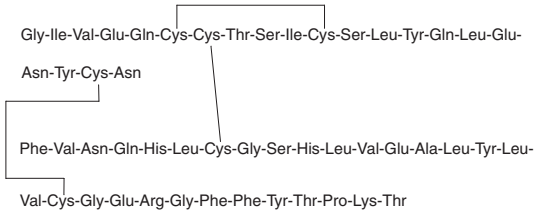
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ヒトインスリン（遺伝子組換え）

Insulin Human（Genetical Recombination）



$C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$：5807.57

［*11061-68-0*］

本品は遺伝子組換え技術を用いて製造されたもので，血糖を降下させる作用がある．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，1 mg 当たり 27.5 インスリン単位以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品適量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，1 mL 中に 2.0 mg を含むように調製する．この液 500 μL を清浄な試験管にとり，pH 7.5 のヘペス緩衝液 2.0 mL 及び V 8 プロテアーゼ酵素試液 400 μL を加え，25 ℃ で 6 時間反応した後，硫酸アンモニウム緩衝液 2.9 mL を加えて反応を停止し，試料溶液とする．別にヒトインスリン標準品を同様の方法で操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られたクロマトグラムにつき，溶媒ピークの直後に溶出するピーク及びその後に順次溶出するこれより明らかにピーク高さの大きい 3 本のピークを比較するとき，試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり，ピーク高さは同様である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液－水/硫酸アンモニウム緩衝液/アセトニトリル混液（7：2：1）

B 液－水/アセトニトリル/硫酸アンモニウム緩衝液混液（2：2：1）

試料注入後 60 分間に A 液/B 液混液（9：1）から A 液/B 液混液（3：7）となるように直線的勾配で移動相 B 液の割合を増加させながら送液し，次の 5 分間で B 液 100 % となるように直線的勾配で B 液の割合を増加させ，更にその後 5 分間は B 液を送液する．

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，溶媒ピーク直後に溶出するピークの後に溶出する，これより大きな最初の二つのピークのシンメトリー係数はそれぞれ 1.5 以下であり，両者のピークの分離度は 3.4 以上である．

純度試験

（1） 類縁物質　本操作は，速やかに行う．本品 7.5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．別に，0.01 mol/L 塩酸試液 20 μL につき，同様に試験を行い，溶媒由来のピークを確認する．試料溶液の各々のピーク面積を測定し，ヒトインスリンのピーク面積 A_I，ヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約 1.3 のデスアミド体のピーク面積 A_D 及び溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積 A_T を求めるとき，デスアミド体の量及びデスアミド体以外の類縁物質の量は，それぞれ 2.0 % 以下である．

デスアミド体の量（%）$= (A_D / A_T) \times 100$

デスアミド体以外の類縁物質の量（%）
$= [\{A_T - (A_I + A_D)\} / A_T] \times 100$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：A 液－pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（41：9）

B 液－pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（1：1）

試料注入前及び試料注入後 36 分間は A 液/B 液混液（78：22）を送液する．次の 25 分間は A 液/B 液混液（33：67）となるように B 液の割合を直線的勾配で増加しながら送液し，更に次の 6 分間は A 液/B 液混液（33：67）を送液する．次の 15 分間は A 液/B 液混液（78：22）を送液する．なお，ヒトインスリンの保持時間が約 25 分になるように試料注入前の A 液/B 液混液の混合比を調整する．

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：試料注入直後から約 75 分間の範囲

システム適合性

検出の確認：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL から得たデスアミド体のピーク高さがフルスケールの 30 ～ 70 % になることを確認する．

システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，ヒトインスリンデスアミド体の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数は 1.8 以下である．

（2） 高分子たん白質　本品 4 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし，この液 100 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．この液の各々のピーク面積を測定するとき，ヒトインスリンのピークよりも保持時間の小さいピークの合計面積は，全面積の 1.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：276 nm）

カラム：内径 7.5 mm，長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：L-アルギニン溶液（1 → 1000）/アセトニトリル/酢酸（100）混液（13：4：3）

流量：ヒトインスリンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：ヒトインスリンの単量体のピークまでの範囲

システム適合性

検出の確認：ヒトインスリン二量体含有試液 100 μL から得た二量体のピーク高さがフルスケールの 10 ～ 50 % になることを確認する．

システムの性能：ヒトインスリン二量体含有試液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，多量体，二量体，単量体の順に溶出し，二量体のピーク高さ H_1 及び二量体と単量体のピーク間の谷の高さ H_2 を測定するとき，H_1/H_2 が 2.0 以上である．

（3） その他の目的物質関連不純物　別に規定する．

（4） 工程由来不純物　別に規定する．

亜鉛含量　本品約 50 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とし，必要ならば，更に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて，1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.6 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.40 μg，0.80 μg，1.20 μg 及び 1.60 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛（Zn：65.41）を定量するとき，換算した乾燥物に対し 1.0 % 以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，24 時間）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　10 EU/mg 未満．

定 量 法　本操作は，速やかに行う．本品約 7.5 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 5 mL とし，試料溶液とする．別に，ヒトインスリン標準品適量を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，表示単位に従い 1 mL 中にヒトインスリン約 40 インスリン単位を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のヒトインスリンのピー

ク面積 A_{TI} 及びヒトインスリンのピークに対する相対保持時間約 1.3 のデスアミド体のピーク面積 A_{TD}，並びに標準溶液のヒトインスリンのピーク面積 A_{SI} 及びデスアミド体のピーク面積 A_{SD} を測定する．

ヒトインスリン（$C_{257}H_{383}N_{65}O_{77}S_6$）の量（インスリン単位/mg）

$$= \{(W_S \times F) / D\} \times \{(A_{TI} + A_{TD}) / (A_{SI} + A_{SD})\} \times (5 / W_T)$$

F：ヒトインスリン標準品の表示単位（インスリン単位/mg）
D：ヒトインスリン標準品の溶解に用いた 0.01 mol/L 塩酸試液の量（mL）
W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）
W_S：ヒトインスリン標準品の秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度
移動相：pH 2.3 のリン酸・硫酸ナトリウム緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：1）．なお，ヒトインスリンの保持時間が 10 ～ 17 分になるように移動相組成の混合比を調整する．
流量：毎分 1.0 mL

システム適合性
システムの性能：ヒトインスリンデスアミド体含有試液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒトインスリン，デスアミド体の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上で，ヒトインスリンのピークのシンメトリー係数が 1.8 以下である．
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヒトインスリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.6 % 以下である．

貯　法
保存条件　遮光して，－20 ℃ 以下で保存する．
容　　器　気密容器．

人全血液
Whole Human Blood

本品はヒト血液に血液保存液を混合して保存した液状の注射剤である．
本品は生物学的製剤基準の人全血液の条に適合する．

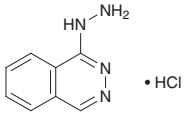
性　状　本品は濃赤色の液で，静置するとき，赤血球の沈層と黄色の液層とに分かれ，主として白血球からなる灰色の層が沈層の表面に見られることがある．液層は，脂肪により混濁することがあり，また，ヘモグロビンによる弱い着色を認めることがある．

人免疫グロブリン
Human Normal Immunoglobulin

本品はヒトの血清グロブリン中の免疫グロブリン G を含む液状の注射剤である．
本品は生物学的製剤基準の人免疫グロブリンの条に適合する．

性　状　本品は無色～黄褐色澄明の液である．

ヒドララジン塩酸塩
Hydralazine Hydrochloride
塩酸ヒドララジン



$C_8H_8N_4 \cdot HCl$：196.64
Phthalazin-1-ylhydrazine monohydrochloride ［*304-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4 \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．
本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験
（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），8 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却する．これにクロロホルム 5 mL を加え，振

り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
　= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドララジン塩酸塩散

Hydralazine Hydrochloride Powder
塩酸ヒドララジン散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～ 317 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本品のヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL を加えてよく振り混ぜ，更に塩酸 25 mL を加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
　= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドララジン塩酸塩錠

Hydralazine Hydrochloride Tablets
塩酸ヒドララジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ヒドララジン塩酸塩」25 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加え，よく振り混ぜ，必要ならばろ過する．ろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 238 ～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～ 317 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 11 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ヒドララジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 260 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$$

W_S：定量用塩酸ヒドララジンの秤取量（mg）
C：1 錠中のヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，共栓フラスコに入れ，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
　= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

注射用ヒドララジン塩酸塩

Hydralazine Hydrochloride for Injection
注射用塩酸ヒドララジン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 99 ～ 113 % に対応するヒドララジン塩酸塩（$C_8H_8N_4$・HCl：196.64）を含む．

製　法　本品は「ヒドララジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末又は塊で，においはなく，味は苦い．

確認試験　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波 長 238～ 242 nm，258 ～ 262 nm，301 ～ 305 nm 及び 313 ～317 nm に吸収の極大を示す．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却し，以下「ヒドララジン塩酸塩」の定量法を準用する．

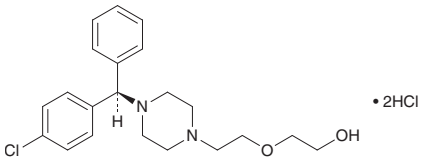
0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
　= 9.832 mg $C_8H_8N_4$・HCl

貯　法　容　　器　密封容器．

ヒドロキシジン塩酸塩

Hydroxyzine Hydrochloride

塩酸ヒドロキシジン



$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl：447.83

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol dihydrochloride ［*2192-20-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシジン塩酸塩（$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，青色の沈殿を生じる．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 1.3 ～ 2.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（150：95：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

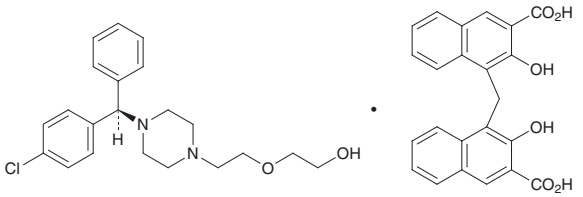
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.39 mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・2HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドロキシジンパモ酸塩

Hydroxyzine Pamoate

パモ酸ヒドロキシジン



$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$：763.27

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)phenylmethyl]piperazin-1-yl}ethoxy)ethanol mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)]（1/1）［*10246-75-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ヒドロキシジンパモ酸塩（$C_{21}H_{27}ClN_2O_2$・$C_{23}H_{16}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトンに溶けにくく，水，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて激しく振り混ぜた後，クロロホルム 20 mL で抽出し，クロロホルム層を試料溶液とする〔水層は（4）の試験に用いる〕．試料溶液 5 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 2 mL を加えて振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

（2）（1）の試料溶液 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物を 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，500 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（4）（1）で得た水層 1 mL に 1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，メタノール 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき，液はわずかに緑色を帯びた淡黄褐色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.3 g に希硝酸 6 mL 及び水 10 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．残留物は水 10 mL ずつで 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.095 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.40 g を水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液/アセトン混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）/アンモニア試液混液（150：95：1）を展開溶媒として 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得たヒドロキシジン及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 3.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.6 g を精密に量り，水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 25 mL ずつで 6 回抽出する．各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g を置いた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で濃縮して約 30 mL にする．これに酢酸（100）30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 38.16 mg $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot C_{23}H_{16}O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロキシプロピルセルロース

Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースのヒドロキシプロピルエーテルである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）53.4 ～ 77.5 % を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水又はエタノール（95）を加えるとき，粘稠性のある液となる．

確認試験

（1） 本品 1 g に水 100 mL を加え，70 ℃ の水浴中で 5 分間かき混ぜながら加熱した後，振り混ぜながら冷却する．更に均質な粘性の液になるまで室温で放置し，試料溶液とする．試料溶液 2 mL にアントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき，境界面は青色～緑色を呈する．

（2） （1）の試料溶液を水浴中で加熱するとき，白濁又は白色の沈殿を生じ，冷却するとき，白濁又は沈殿は消失する．

（3） 本品 1 g にエタノール（95）100 mL を加え，かき混ぜて放置するとき，均質な粘稠性のある液となる．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状 高さ 250 mm，内径 25 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを外管とし，高さ 300 mm，内径 15 mm，厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを内管とし，その外管に，本品 1.0 g を水 100 mL に加えてかき混ぜながら 70 ℃ の水浴中で加熱し，室温まで冷却した溶液を入れる．これを幅 1 mm，間隔 1 mm の 15 本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き，内管を上下して，その上部から観察し，線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する．この操作を 3 回繰り返して得た平均値は，次の比較液を用いて同様に操作して得た平均値より大きい．

比較液：0.005 mol/L 硫酸 5.50 mL に希塩酸 1 mL，エタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，これに塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和し，10 分間放置した後，よく振り混ぜて用いる．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を水 30 mL に加え，水浴中でかき混ぜながら 30 分間加熱した後，熱時ろ過する．残留物を熱湯 15 mL ずつで 3 回洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.142 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 装置 分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径 20 mm，首部までの高さが 50 mm，高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの．

加熱器：厚さ 60 ～ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，ブロック内部の温度を ±1 ℃ の範囲で調節できる構造

を有するもの．

（ii） 操作法　本品を乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，加熱器を用い 150 ℃ で 5 分ごとに振り混ぜながら，30 分間加熱し，更に 30 分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，定量用ヨウ化イソプロピル 50 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）
$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 44.17$

W_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクタンの *o*−キシレン溶液（1 → 25）
操作条件
検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器．
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素
流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法　容　　器　密閉容器．

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース
Low Substituted Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテルである．

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）5.0 ～ 16.0 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）に溶け，粘稠性のある液となる．

本品に水，炭酸ナトリウム試液又は 2 mol/L 塩酸試液を加えるとき，膨潤する．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に水 2 mL を加え，振り混ぜて懸濁液とした後，アントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき，接界面は青色～青緑色を呈する．

（2） 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，かき混ぜて懸濁させた後，水酸化ナトリウム 1 g を加え，更にかき混ぜ，均質となった液を試料溶液とする．試料溶液 0.1 mL をとり，薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加え，よく振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は初め紅色を呈し，100 分間以内に紫色に変わる．

（3） （2）の試料溶液 5 mL をとり，アセトン/メタノール混液（4：1）10 mL を加え，振り混ぜるとき，白色綿状の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え，振り混ぜた液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉　本品 0.5 g に熱湯 30 mL を加え，よくかき混ぜ，水浴上で 10 分間加熱した後，熱時傾斜して上澄液より順次ろ過し，残留物を熱湯 50 mL でよく洗い，洗液はろ液に合わせ，冷後，水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.355 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　6.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉　1.0 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 装置　分解瓶：5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で，底部の内側が円すい状となっており，外径 20 mm，首部までの高さが 50 mm，高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で，栓は耐熱性樹脂製，内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの．

加熱器：厚さ 60 ～ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，ブロック内部の温度を ±1 ℃ の範囲で調節できる構造を有するもの．

（ii） 操作法　本品を乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，加熱器を用い 150 ℃ で，5 分ごとに振り混ぜながら，30 分間加熱し，更に 30 分間加熱を続ける．冷後，その質量を精密に量り，減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 65 mg，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，密栓し，その質量を精密に量り，

定量用ヨウ化イソプロピル 15 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 44.17$

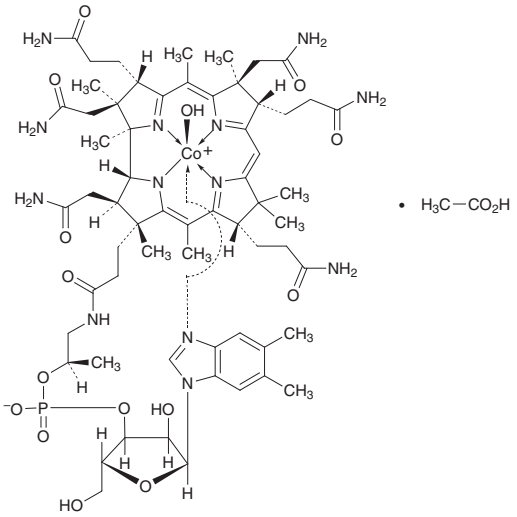
W_S：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクタンの *o*−キシレン溶液（1 → 50）
操作条件
検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器．
カラム：内径約 3 mm，長さ約 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする．
カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度
キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素
流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．
カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩

Hydroxocobalamin Acetate
酢酸ヒドロキソコバラミン



$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$：1406.41
Coα−[*α*−(5,6−Dimethylbenz−1*H*−imidazol−1−yl)]−*Coβ*−hydroxocobamide monoacetate
[*13422−51−0*，ヒドロキソコバラミン]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロキソコバラミン酢酸塩（$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は粉末で，においはない．
本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品は吸湿性である．

確認試験
（1）　本品の pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1−ニトロソ−2−ナフトール−3,6−ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．
（3）　本品 0.02 g にエタノール（99.5）0.5 mL 及び硫酸 1 mL を加えて加熱するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

純度試験　シアノコバラミン及び着色不純物　本品 50 mg ずつを 2 本の試験管にとり，それぞれに pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を正確に加えて溶かす．この液の一方にチオシアン酸カリウム試液 0.15 mL を加え，30 分間放置し，試料溶液（1）とする．他方にシアン化カリウム試液 0.10 mL を加え，30 分間放置し，試料溶液（2）

とする．別にシアノコバラミン標準品 3.0 mg をとり，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液（1），試料溶液（2）及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に，原線に沿って約 10 mm の間隔で，それぞれ長さ 25 mm にスポットする．次に水飽和 2-ブタノールを展開溶媒として，薄層板を水平面から約 15° の角度に傾斜させて 18 時間展開した後，風乾する．標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液（1）から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液（2）から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 12 % 以下（50 mg，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），100 ℃，6 時間）．

定 量 法 本品約 20 mg を精密に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，50 mL のメスフラスコに入れ，シアン化カリウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，常温で 30 分間放置した後，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品（別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 361 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヒドロキソコバラミン酢酸塩（$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0377$

W_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量（mg）

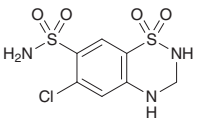
貯 法

保存条件 遮光して，冷所に保存する．

容 器 気密容器．

ヒドロクロロチアジド

Hydrochlorothiazide



$C_7H_8ClN_3O_4S_2$：297.74

6-Chloro-3,4-dihydro-2*H*-1,2,4-benzothiadiazine-7-sulfonamide 1,1-dioxide ［*58-93-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロクロロチアジド（$C_7H_8ClN_3O_4S_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はアセトンに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 267 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg にクロモトロープ酸試液 5 mL を加えて 5 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム十水和物 0.5 g を混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 10 mL を加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液 4 mL に過酸化水素（30）2 滴，薄めた塩酸（1 → 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（3） （2）のろ液 4 mL に希硝酸 5 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（4） 本品 12 mg を水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロクロロチアジド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.036 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 芳香族第一アミン 本品 80 mg をとり，アセトンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希塩酸 3.0 mL，水 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜた後，1 分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，3 分間放置した後，*N*,*N*-ジエチル-*N*′-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置する．この液につき，アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 525 nm における吸光度は 0.10 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びヒドロクロロチアジド標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 150 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，

移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロクロロチアジド（$C_7H_8ClN_3O_4S_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　4-アミノアセトフェノンのアセトニトリル溶液（9 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液（9：1）

流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロクロロチアジド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

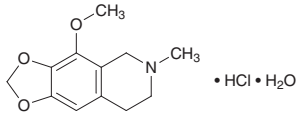
貯　法　容　　器　密閉容器．

ヒドロコタルニン塩酸塩水和物

Hydrocotarnine Hydrochloride Hydrate

塩酸ヒドロコタルニン

ヒドロコタルニン塩酸塩



$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$：275.73

4-Methoxy-6-methyl-5,6,7,8-tetrahydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]isoquinoline monohydrochloride monohydrate

[*5985-55-7*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコタルニン塩酸塩（$C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$：257.71）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 400 nm における吸光度は 0.17 以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（20：20：3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

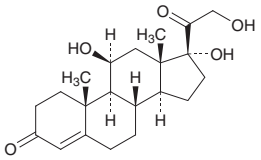
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.77 mg $C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl$

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone



$C_{21}H_{30}O_5$：362.46

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione ［*50-23-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン（$C_{21}H_{30}O_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，エタノール（95）又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，クロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：212 ～ 220 °C（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，直ちに黄緑色の蛍光を発し，液の色はだいだい色を経て徐々に暗赤色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色を経てだいだい黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，少量の綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾン標準品のそれぞれをエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+150 ～ +156 °（乾 燥 後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 20 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（17：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 °C，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びヒドロコルチゾン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをクロロホルム/メタノール混液（9：1）20 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾン（$C_{21}H_{30}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プレドニゾンのクロロホルム/メタノール混液（9：1）溶液（9 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：20 °C 付近の一定温度

移動相：クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（1000：20：1）

流量：ヒドロコルチゾンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ヒドロコルチゾンの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

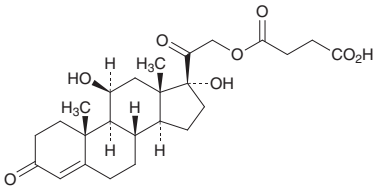
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル

Hydrocortisone Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{34}O_8$：462.53

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate) ［*2203-97-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル（$C_{25}H_{34}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 3 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋147 ～ ＋153°（乾燥後，0.1 g，エタノール（99.5），10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 25 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 25 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（99.5）/ギ酸混液（150：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　2.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定量法　本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル（$C_{25}H_{34}O_8$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ヒドロコルチゾンコハク酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法

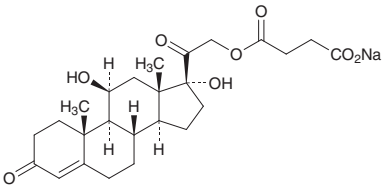
保存条件　遮光して保存する．

容　器　気密容器．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Succinate

コハク酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{25}H_{33}NaO_8$：484.51

Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-succinate ［*125-04-2*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{33}NaO_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性状　本品は白色の粉末又は塊で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を水 20 mL に溶かし，かき混ぜながら希塩酸 0.5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，105 ℃ で 3 時間乾燥する．乾燥物 3 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2）（1）で得た乾燥物 0.01 g をメタノール 1 mL に溶

かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）（1）で得た乾燥物 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，10 分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液（1 → 10）を加えて pH 約 6 に調整し，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（4）（1）で得た乾燥物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（5） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋135 ～ ＋145°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 25 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．更に，標準溶液（1）6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール(99.5)/ギ酸混液（150：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液（1）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，1 個以下であり，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヒドロコルチゾンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{33}NaO_8$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.0475$

W_S：ヒドロコルチゾンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯 法

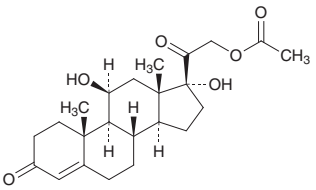
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル

Hydrocortisone Acetate

酢酸ヒドロコルチゾン



$C_{23}H_{32}O_6$：404.50

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

[50-03-3]

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{32}O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 220 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．

（4） 本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれをエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋158 ～ ＋165°（乾燥後，50 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（160：30：8：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾン酢酸エステル（$C_{23}H_{32}O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ヒドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（13：7）

流量：ヒドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

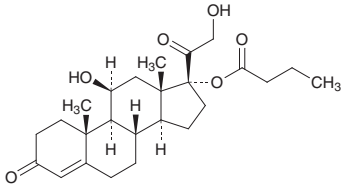
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

ヒドロコルチゾン酪酸エステル

Hydrocortisone Butyrate

酪酸ヒドロコルチゾン



$C_{25}H_{36}O_6$：432.55

11β,17,21-Trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 17-butyrate

［*13609-67-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒドロコルチゾン酪酸エステル（$C_{25}H_{36}O_6$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品はテトラヒドロフラン，クロロホルム又は 1,2-ジクロロエタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液に紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．また，この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2）　本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（2 → 7）2 mL を加え 1 分間穏やかに煮沸するとき，酪酸エチルのにおいを発する．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$^{25}_{D}$：＋48 ～ ＋52°（乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 25 mg をテトラヒドロフラン 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジク

ロロエタン/メタノール/水混液（470：30：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

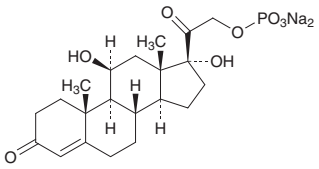
ヒドロコルチゾン酪酸エステル（$C_{25}H_{36}O_6$）の量（mg）
$= (A / 375) \times 25000$

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

Hydrocortisone Sodium Phosphate

リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム



$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$：486.40

Disodium 11β,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-phosphate ［*6000-74-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め帯黄緑色の蛍光を発し，徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる．この液は紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，強い淡緑色の蛍光を発する．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色からだいだい黄色に変わり，淡緑色の蛍光を発し，黄褐色綿状の浮遊物を生じる．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

（3） 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し，徐々に加熱して灰化する．冷後，残留物を希硝酸 10 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱する．冷後，必要ならばろ過する．この液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+121 ～ +129°（乾燥物に換算したもの 1 g，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.30 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.600 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 257.8$

W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

（6） 遊離ヒドロコルチゾン 本品 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その 25 mg をとり，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のヒドロコルチゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ヒドロコルチゾンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，5 時間）．

定 量 法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{21}H_{29}Na_2O_8P$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：乾燥物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液（1：1）

流量：ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾンリン酸エステル，パラオキシ安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ヒドロコルチゾン・ジフェンヒドラミン軟膏

Hydrocortisone and Diphenhydramine Ointment

製 法

ヒドロコルチゾン酢酸エステル	5 g
ジフェンヒドラミン	5 g
白色ワセリン	適 量
全 量	1000 g

以上をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色である．

確認試験

（1） 本品 1 g にエタノール（95）10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 5 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液 5 mL をとり，エタノールを留去した後，残留物に硫酸 2 mL を加えるとき，液は初め黄緑色の蛍光を発し，徐々に黄色を経て黄褐色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は黄色に変わり，緑色の蛍光を発し，淡黄色の浮遊物を生じる（ヒドロコルチゾン酢酸エステル）．

（2） （1）のろ液 1 mL に pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 5 mL 及びブロモフェノールブルー試液 2 mL を加え，更にクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は黄色を呈する（ジフェンヒドラミン）．

（3） 本品 1 g にメタノール 5 mL を加えて加温し，振り混ぜ，冷後，メタノール層を分取し，試料溶液とする．別に酢酸ヒドロコルチゾン及びジフェンヒドラミン 0.01 g ずつをそれぞれメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（混合蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/ジエチルエーテル混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（広域波長）を照射するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．

貯 法

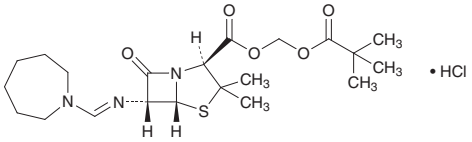
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ピブメシリナム塩酸塩

Pivmecillinam Hydrochloride

塩酸ピブメシリナム



$C_{21}H_{33}N_3O_5S \cdot HCl$：476.03

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(azepan-1-ylmethylene)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride

[*32887-03-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 630 ～ 710 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，メシリナム（$C_{15}H_{23}N_3O_3S$：325.43）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピブメシリナム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋200 ～ ＋220°（脱水物に換算したもの 1 g，水，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もしこの方法でなお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加し，pH を 3 ～ 4 に調整した後，希酢酸 2 mL を加え，必要ならばろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL をとり，以下検液の調製法と同様に操作する（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をアセトニトリル/酢酸（100）混液（97：3）4.0 mL に溶かし，試料溶液とする．別にピブメシリナム塩酸塩標準品 2.0 mg を水 4.0 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．標準溶液 2 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし，30 分間放置した後，試料溶液 2 μL をスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸（100）混液（10：1：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中で 10 分間放置するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．また，試料溶液には主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない．

水　分〈*2.48*〉　1.0 % 以下（0.25 g，電量滴定法）．

定 量 法　本品及びピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メシリナム（$C_{15}H_{23}N_3O_3S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ジフェニルの移動相溶液（1 → 12500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 0.771 g を水約 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.5 に調整した後，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 400 mL にアセトニトリル 600 mL を加える．

流量：ピブメシリナムの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピブメシリナム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピブメシリナムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　器　気密容器．

ヒプロメロース

Hypromellose

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Cellulose, 2-hydroxypropyl methyl ether

［*9004-65-3*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである．

本品には 1828，2208，2906 及び 2910 の置換度タイプがあり，それぞれ定量するとき，換算した乾燥物に対し，以下の表に示すメトキシ基（$-OCH_3$：31.03）及びヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）を含む．

本品はその置換度タイプを表示すると共に，その粘度をミリパスカル秒（mPa･s）の単位で表示する．

置換度タイプ	メトキシ基（%）		ヒドロキシプロポキシ基（%）	
	下限	上限	下限	上限
1828	16.5	20.0	23.0	32.0
2208	19.0	24.0	4.0	12.0
2906	27.0	30.0	4.0	7.5
2910	28.0	30.0	7.0	12.0

◆**性　状**　本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（1）　本品 1.0 g をビーカーに入れた水 100 mL の表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（2）　本品 1.0 g を熱湯 100 mL に加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を 10 ℃ に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（3）（2）の試験終了後の溶液 0.1 mL に薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は初め紅色を呈し，更に 100 分間以内に紫色に変わる．

（4）（2）の試験終了後の溶液 2 ～ 3 mL をスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルムを形成する．

（5）　水 50 mL を正確に量り，（2）の試験終了後の溶液 50 mL を正確に加え，かき混ぜながら 1 分間に 2 ～ 5 ℃ 上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50 ℃ 以上である．

粘　度〈*2.53*〉

第 1 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物 4.000 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 200.0 g とし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて，均一な分散液となるまで毎分 350 ～ 450 回転で 10 ～ 20 分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，10 ℃ 以下の水浴中で 20 ～ 40 分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて 200.0 g とし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき，表示粘度の 80 ～ 120 % である．

第 2 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物 10.00 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 500.0 g とし，以下第 1 法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1 ℃ で粘度測定法第 2 法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の 75 ～ 140 % である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計 LV モデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度（mPa･s）	円筒番号	回転数/分	換算乗数
600 以上　1400 未満	3	60	20
1400 以上　3500 未満	3	12	100
3500 以上　9500 未満	4	60	100
9500 以上　99500 未満	4	6	1000
99500 以上	4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2 分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2 分間停止する．同様の操作を 2 回繰り返し，3 回の測定値を平均する．

pH〈*2.54*〉　粘度試験の試料溶液を 20±2 ℃ とし，5 分間放置した液の pH は 5.0 ～ 8.0 である．

純度試験　重金属　本品 1.0 g を 100 mL のケルダールフラスコにとり，硝酸/硫酸混液（5：4）を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸 2 mL を加え，液が黒色に変化するまで加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水 5 mL を加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素（30）1 mL を加え，液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 2 ～ 3 mL を加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて 25 mL とし，検液とする．別に鉛標準液 2.0 mL を 100 mL のケルダールフラスコに入れ，硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 10 mL を加え，検液の調製に過酸化水素（30）を用いた場合には，その同量を加え，以下，検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水

(28) を加え，液の pH を 3.0 ～ 4.0 に調整し，水を加えて 40 mL とする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 1.2 mL，pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，5 分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 装置 分解瓶：5 mL の耐圧セラムバイアルで，外径 20 mm，高さ 50 mm，首部の外径 20 mm 及び内径 13 mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約 100 回の往復振とうができるもの．

（ii） 操作法 本品約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が 130±2 ℃ になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて 60 分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの 30 分間，5 分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の 0.50 % 以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．

別にアジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン 45 μL 及び定量用ヨウ化イソプロピル 15 ～ 22 μL を加え，それぞれの質量を精密に量る．分解瓶をよく振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液 1 ～ 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta}，Q_{Tb} 及び Q_{Sa}，Q_{Sb} を求める．

メトキシ基（CH_3O）の量（%）

$= (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (W_{Sa} / W) \times 21.86$

ヒドロキシプロポキシ基（$C_3H_7O_2$）の量（%）

$= (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (W_{Sb} / W) \times 44.17$

W_{Sa}：定量用ヨードメタンの秤取量（mg）

W_{Sb}：定量用ヨウ化イソプロピルの秤取量（mg）

W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

内標準溶液 *n*−オクタンの *o*−キシレン溶液（3 → 100）

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 ～ 4 mm，長さ 1.8 ～ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 ～ 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，ヨウ化イソプロピル，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆**貯 法 容 器** 密閉容器.◆

ヒプロメロースフタル酸エステル

Hypromellose Phthalate

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタル酸エステル

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート

Hydroxypropyl methylcellulose benzene−1,2−dicarboxylate

［*9050−31−1*］

本品はヒプロメロースのモノフタル酸エステルである．

本品はメトキシ基（$-OCH_3$：31.03），ヒドロキシプロポキシ基（$-OC_3H_6OH$：75.09）及びカルボキシベンゾイル基（$-COC_6H_4COOH$：149.12）を含む．

本品には 200731 及び 220824 の置換度タイプがあり，それぞれ定量するとき，換算した脱水物に対し，以下の表に示すカルボキシベンゾイル基を含む．

置換度タイプ	カルボキシベンゾイル基（%）	
	下限	上限
200731	27.0	35.0
220824	21.0	27.0

本品はその置換度タイプを表示すると共に，その動粘度を平方ミリメートル毎秒（mm^2/s）の単位で表示する．

性 状 本品は白色の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品は水，アセトニトリル，エタノール（99.5）又はヘキサンにほとんど溶けない．

本品はメタノール/ジクロロメタン混液（1：1）又はエタノール（99.5）/アセトン混液（1：1）を加えるとき，粘稠性のある液となる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はヒプロメロースフタル酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

粘 度〈*2.53*〉 本品を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，その 10 g

をとり，メタノールとジクロロメタンをそれぞれ質量比で 50 % になるように混合した液 90 g を加え，かき混ぜた後更に振り混ぜて溶かし，20 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，表示単位の 80 ～ 120 % である．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，その赤色が消えるまで激しくかき混ぜながら希硝酸を滴加する．更にかき混ぜながら希硝酸 20 mL を加える．生成したゲル状の沈殿が粒子状になるまで水浴上でかき混ぜながら加熱し，冷後，遠心分離する．上澄液をとり，沈殿を水 20 mL ずつで 3 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，水を加えて 200 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL，希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.07 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） フタル酸 本品約 0.2 g を精密に量り，アセトニトリル約 50 mL を加え，超音波処理を行って部分的に溶かした後，水 10 mL を加え，再び超音波処理を行って溶かし，冷後，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にフタル酸約 12.5 mg を精密に量り，アセトニトリル約 125 mL を加え，かき混ぜて溶かした後，水 25 mL を加え，次にアセトニトリルを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のフタル酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，フタル酸（$C_8H_6O_4$：166.13）の量は 1.0 % 以下である．

フタル酸の量（%） $= (C / W) \times (A_T / A_S) \times 10$

C：標準溶液中のフタル酸の濃度（μg/mL）
W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

操作条件
- 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 mm）
- カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 3 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：20 ℃ 付近の一定温度
- 移動相：0.1 mol/L シアン酢酸/アセトニトリル混液（17：3）
- 流量：毎分約 2.0 mL
- 試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，フタル酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（1 g，直接滴定，ただし，水分測定用メタノールの代わりにエタノール（99.5）/ジクロロメタン混液（3：2）を用いる）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，エタノール（95）/アセトン/水混液（2：2：1）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

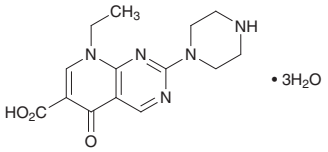
カルボキシベンゾイル基（$C_8H_5O_3$）の含量（%）
$= \{(0.01 \times 149.1 \times V) / W\} - \{(2 \times 149.1 \times P) / 166.1\}$

P：フタル酸の試験で得られたフタル酸の含量（%）
V：0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

貯 法 容 器 気密容器．

ピペミド酸水和物

Pipemidic Acid Hydrate
ピペミド酸三水和物



$C_{14}H_{17}N_5O_3 \cdot 3H_2O$：357.36
8-Ethyl-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)-5,8-dihydropyrido[2,3-*d*]pyrimidine-6-carboxylic acid trihydrate
[*51940-44-4*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピペミド酸（$C_{14}H_{17}N_5O_3$：303.32）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ液 30 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比

較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をとり，水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし，希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．ろ液 30 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g を薄めた酢酸（100）（1 → 20）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 20）を加え，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/トリエチルアミン混液（25：15：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 14.5 ～ 16.0 %（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.33 mg $C_{14}H_{17}N_5O_3$

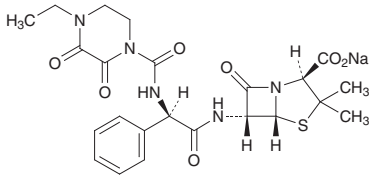
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ピペラシリンナトリウム

Piperacillin Sodium



$C_{23}H_{26}N_5NaO_7S$：539.54

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-phenylacetylamino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate ［*59703-84-3*］

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 863 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋175 ～ ＋190 °（脱水物に換算したもの 0.8 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 4 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を移動相 A 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．試料溶液の保持時間約 7 分のアンピシリンのピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 1/2 より大きくなく，保持時間約 17 分及び約 21 分の類縁物質 1 のピークの面積の和は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 2 倍より大きくなく，保持時間約 56 分の類縁物質 2 のピークの面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積より大きくない．また，ピペラシリン以外のピークの合計面積は標準溶液のピペラシリンのピーク面積の 5 倍より大きくない．ただし，ア

ンピシリン，類縁物質 1 及び 2 のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.39，1.32 及び 1.11 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/アセトニトリル/0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（45：4：1）

移動相 B：アセトニトリル/水/0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（25：24：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 7	100	0
7 ～ 13	100 → 83	0 → 17
13 ～ 41	83	17
41 ～ 56	83 → 20	17 → 80
56 ～ 60	20	80

流量：毎分 1.0 mL．この条件でピペラシリンの保持時間は約 33 分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ピペラシリンの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピペラシリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 15000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ピペラシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に，ピペラシリン標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピペラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸（100）60.1 g 及びトリエチルアミン 101.0 g をとり，水を加えて正確に 1000 mL とする．この液 25 mL に希酢酸 25 mL 及びアセトニトリル 210 mL を加え，更に水を加えて正確に 1000 mL とする．

流量：ピペラシリンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ピペラシリンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するピペラシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

注射用ピペラシリンナトリウム

Piperacillin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 107.0 % に対応するピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$：517.55）を含む．

製　法　本品は「ピペラシリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色の粉末又は塊である．

確認試験　「ピペラシリンナトリウム」の確認試験を準用する．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 4 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品の表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」4.0 g（力価）に対応する量を水 17 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質　「ピペラシリンナトリウム」の純度試験（4）を準用する．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（3 g，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈4.01〉 0.04 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈6.06〉 第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈4.06〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「ピペラシリンナトリウム」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20

mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にピペラシリン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．以下「ピペラシリンナトリウム」の定量法を準用する．

ピペラシリン（$C_{23}H_{27}N_5O_7S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

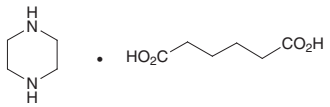
W_S：ピペラシリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液（1 → 5000）

貯　法　容　　器　密封容器．　本品は，ポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

ピペラジンアジピン酸塩

Piperazine Adipate
アジピン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$：232.28
Piperazine hexanedioate　［*142-88-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピペラジンアジピン酸塩（$C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品は水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 1 mL を加えてジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 152 ～ 155 ℃ である．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

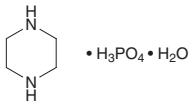
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用酢酸 20 mL 及び非水滴定用アセトン 40 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 6 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 11.61 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

ピペラジンリン酸塩水和物

Piperazine Phosphate Hydrate
ピペラジンリン酸塩
リン酸ピペラジン



$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15
Piperazine monophosphate monohydrate　［*18534-18-4*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピペラジンリン酸塩（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$：184.13）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味がある．

本品はギ酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 222 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，希塩酸 5 mL，水 30 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH を 3.3 に調整し，更に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 50 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）/アセトン/エタノール（99.5）混液（8：3：3：2）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液を均等に噴霧した後，15 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 8.0 ～ 9.5 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，ギ酸 10 mL に溶かし，酢酸（100）60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 9.207 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

ピペラジンリン酸塩錠

Piperazine Phosphate Tablets

リン酸ピペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するピペラジンリン酸塩水和物（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：202.15）を含む．

製 法 本品は「ピペラジンリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ピペラジンリン酸塩水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加え，10 分間加温しながら振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液 3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

崩 壊 性〈*6.09*〉 試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は 10 分間とする．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ピペラジンリン酸塩水和物（$C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，ギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとる．残留物にギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜ，再び遠心分離して上澄液をとる．更に酢酸（100）5 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

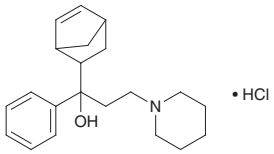
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
＝ 10.11 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

ビペリデン塩酸塩

Biperiden Hydrochloride

塩酸ビペリデン



$C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$：347.92

1-(Bicyclo[2.2.1]hept-5-en-2-yl)-1-phenyl-3-(piperidin-1-yl)propan-1-ol monohydrochloride ［*1235-82-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ビペリデン塩酸塩（$C_{21}H_{29}NO \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯褐黄白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 270 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g をリン酸 5 mL に溶かすとき，液は緑色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 5 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，臭素試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品 0.02 g に水 10 mL を加え，加熱して溶かし，冷却した液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液 20 mL にメチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液は赤色又は黄色を呈しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノール 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（80：15：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外

のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 34.79 mg $C_{21}H_{29}NO$・HCl

貯 法

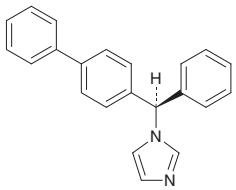
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ビホナゾール

Bifonazole

ビフォナゾール



及び鏡像異性体

$C_{22}H_{18}N_2$：310.39

1-[(*RS*)-(Biphenyl-4-yl)(phenyl)methyl]-1*H*-imidazole

[*60628-96-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ビホナゾール（$C_{22}H_{18}N_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品はジクロロメタンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 147 ～ 151 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，5 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液 10 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 （1）のろ液 10 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL 及び 5 mL を正確に量り，それぞれメタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）及び（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（49：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た R_f 値約 0.20 のスポットは，標準溶液（1）のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ジクロロメタンに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，共栓三角フラスコに入れ，水 10 mL，希硫酸 5 mL 及びジクロロメタン 25 mL を加え，更に指示薬としてメチルエローのジクロロメタン溶液（1 → 500）2 ～ 3 滴を加え，強く振り混ぜながら 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で，最小目盛 0.02 mL のビュレットを用いて滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ，しばらく放置するとき，ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする．

0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1 mL

＝ 3.104 mg $C_{22}H_{18}N_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ヒマシ油

Castor Oil

OLEUM RICINI

本品はトウゴマ *Ricinus communis* Linné（*Euphorbiaceae*）の種子を圧搾して得た脂肪油である．

性 状 本品は無色～微黄色澄明の粘性の油で，わずかに特異なにおいがあり，味は初め緩和で，後にわずかにえぐい．

本品はエタノール（99.5）又はジエチルエーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶け

ない．

本品は 0 ℃ に冷却するとき，粘性を増し，徐々に混濁する．

確認試験 本品 3 g に水酸化カリウム 1 g を加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物に水 30 mL を加えて溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

比　重〈*1.13*〉 d^{25}_{25}：0.953 ～ 0.965

酸　価〈*1.13*〉 1.5 以下．

けん化価〈*1.13*〉 176 ～ 187

水酸基価〈*1.13*〉 155 ～ 177

ヨウ素価〈*1.13*〉 80 ～ 90

純度試験 偽和物 本品 1.0 g にエタノール（95）4.0 mL を加えて振り混ぜるとき，澄明に溶け，エタノール（95）15 mL を追加するとき，液は混濁しない．

貯　法　容　　器 気密容器．

加香ヒマシ油

Aromatic Castor Oil

製　法

ヒマシ油	990 mL
オレンジ油	5 mL
ハッカ油	5 mL
全　　量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性　状 本品は無色～類黄色澄明の濃稠な液で，芳香がある．

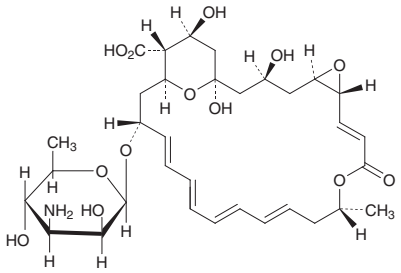
確認試験 本品 3 g に水酸化カリウム 1 g を加え，注意して加熱融解するとき，特異なにおいを発する．この融解物を水 30 mL に溶かした後，過量の酸化マグネシウムを加えてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性にするとき，白色の結晶を析出する．

貯　法　容　　器 気密容器．

ピマリシン

Pimaricin

ナタマイシン



$C_{33}H_{47}NO_{13}$：665.73

(1*R**, 3*S**, 5*R**, 7*R**, 8*E*, 12*R**, 14*E*, 16*E*, 18*E*, 20*E*, 22*R**, 24*S**, 25*R**, 26*S**)-22-(3-Amino-3, 6-dideoxy-*β*-D-mannopyranosyloxy)-1, 3, 26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-6, 11, 28-trioxatricyclo[22.3.1.0^{5,7}]octacosa-8, 14, 16, 18, 20-pentaene-25-carboxylic acid ［*7681-93-8*］

本品は，*Streptomyces natalensis* の培養によって得られる抗真菌活性を有するポリエンマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ピマリシン（$C_{33}H_{47}NO_{13}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 mg に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品 5 mg を酢酸（100）のメタノール溶液（1 → 100）に溶かし，1000 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピマリシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：＋243 ～ ＋259°（0.1 g，酢酸（100），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg をとり，メタノールに溶かして 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりピマリシン以外の物質の量を求めるとき，その合計は 4.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：303 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシ

リル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 1.0 g を水/メタノール/テトラヒドロフラン混液（47：44：2）1000 mL に溶かす．

流量：ピマリシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：ピマリシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たピマリシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のピマリシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピマリシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 1500 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピマリシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 6.0 ～ 9.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びピマリシン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに酢酸（100）のメタノール溶液（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 295.5 nm，303 nm 及び 311 nm における吸光度 A_{T1}，A_{S1}，A_{T2}，A_{S2}，A_{T3} 及び A_{S3} を測定する．

ピマリシン（$C_{33}H_{47}NO_{13}$）の量［μg(力価)］

$$= W_S \times \frac{A_{T2} - \dfrac{A_{T1} + A_{T3}}{2}}{A_{S2} - \dfrac{A_{S1} + A_{S3}}{2}} \times 1000$$

W_S：ピマリシン標準品の秤取量［mg(力価)］

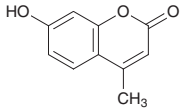
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヒメクロモン

Hymecromone



$C_{10}H_8O_3$：176.17

7-Hydroxy-4-methylchromen-2-one ［*90-33-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヒメクロモン（$C_{10}H_8O_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 2 mg を pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL に溶かすとき，液は強い青紫色の蛍光を発する．

（2） 本品 25 mg を薄めたエタノール（1 → 2）5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は初め黒褐色を呈し，放置するとき黄褐色に変わる．

（3） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 187 ～ 191 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.8 g をアセトン/水混液（2：1）40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.8 g をアセトン/水混液（2：1）40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液（2：1）を加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 80 mg をエタノール（95）10 mL

に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に水 14 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 17.62 mg $C_{10}H_8O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

沈降精製百日せきワクチン

Adsorbed Purified Pertussis Vaccine

本品は百日せき菌の防御抗原を含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきワクチンの条に適合する．

性 状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチン

Adsorbed Diphtheria-Purified Pertussis-Tetanus Combined Vaccine

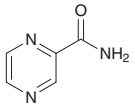
本品は百日せき菌の防御抗原を含む液及び「ジフテリアトキソイド」並びに破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得た破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えて不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降精製百日せきジフテリア破傷風混合ワクチンの条に適合する．

性 状 本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ピラジナミド

Pyrazinamide



$C_5H_5N_3O$：123.11

Pyrazine-2-carboxamide ［*98-96-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピラジナミド（$C_5H_5N_3O$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）又は無水酢酸に溶けにくい．

確認試験

（1）本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 188 ～ 193 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

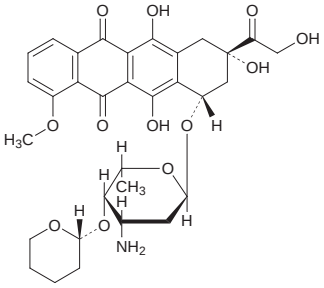
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.31 mg $C_5H_5N_3O$

貯 法 容 器 密閉容器．

ピラルビシン

Pirarubicin



$C_{32}H_{37}NO_{12}$：627.64

(2*S*, 4*S*)−4−{3−Amino−2, 3, 6−trideoxy−4−*O*−[(2*R*)−3, 4, 5, 6−tetrahydro−2*H*−pyran−2−yl]−α−L−*lyxo*−hexopyranosyloxy}−2, 5, 12−trihydroxy−2−hydroxyacetyl−7−methoxy−1, 2, 3, 4−tetrahydrotetracene−6, 11−dione ［*72496−41−4*］

本品は，ダウノルビシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 950 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ピラルビシン（$C_{32}H_{37}NO_{12}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は赤だいだい色の結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムにやや溶けやすく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 10 mg をメタノール 80 mL 及び薄めた塩酸（1 → 5000）6 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，薄めたメタノール（4 → 5）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピラルビシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びピラルビシン標準品 5 mg ずつをクロロホルム 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤だいだい色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋195 ～ ＋215°（10 mg，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 10 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約 0.45 のドキソルビシン及び相対保持時間約 1.2 のピークのピーク面積はそれぞれ標準溶液のピラルビシンのピーク面積より大きくなく，ピラルビシンのピークに対する相対保持時間約 1.9 及び相対保持時間約 2.0 のピークのピーク面積の和は標準溶液のピラルビシンのピーク面積の 5 倍より大きくない．ただし，ドキソルビシンのピーク面積は感度係数 0.94 を乗じた値とし，相対保持時間約 1.9 及び相対保持時間約 2.0 のピーク面積は感度係数 1.09 を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：ピラルビシンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たピラルビシンのピーク面積が標準溶液のピラルビシンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

水　分〈*2.48*〉　2.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びピラルビシン標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピラルビシン（$C_{32}H_{37}NO_{12}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピラルビシン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　2−ナフトールの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.0 の 0.05 mol/L ギ酸アンモニウム緩衝液/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ピラルビシンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピラルビシン，内標準物質の順に溶

出し，その分離度は 9 以上である．

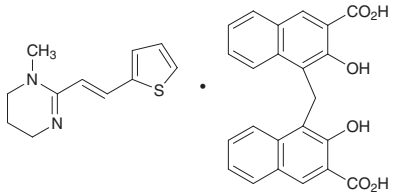
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピラルビシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

ピランテルパモ酸塩

Pyrantel Pamoate

パモ酸ピランテル



$C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$：594.68

1-Methyl-2-[(1*E*)-2-(thien-2-yl)vinyl]-1,4,5,6-tetrahydropyrimidine mono[4,4′-methylenebis(3-hydroxy-2-naphthoate)] (1/1)　[*22204-24-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピランテルパモ酸塩 ($C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$) 98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール (95) に極めて溶けにくく，水，酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：256 ～ 264 ℃ (分解)．

確認試験

(1) 本品 0.05 g にメタノール 10 mL 及び塩酸/メタノール混液 (1：1) 1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，黄色の沈殿を生じる．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする〔沈殿物は (2) の試験に用いる〕．試料溶液 0.5 mL に 2,3-インドリンジオンの硫酸溶液 (1 → 1000) 1 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

(2) (1) で得た沈殿物をとり，メタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥する．この 0.01 g をとり，メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に塩化鉄 (Ⅲ) 試液 1 滴を加えるとき，液は緑色を呈する．

(3) 本品 0.1 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，メタノールを加えて 200 mL とする．この液 2 mL をとり，塩酸のメタノール溶液 (9 → 1000) を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(4) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

(1) 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g をとり，希硝酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)．

(2) 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.75 g をとり，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL とし，水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し，冷後，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える (0.144 % 以下)．

(3) 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)．

(4) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下)．

(5) 類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (3：1：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得たピランテル及びパモ酸のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たピランテルのスポット (R_f 値約 0.3) より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下 (1 g，105 ℃，2 時間)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下 (1 g)．

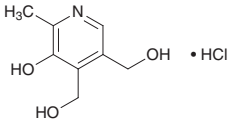
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，クロロホルム 25 mL 及び水酸化ナトリウム試液 25 mL を加えて 15 分間振り混ぜて抽出する．更にクロロホルム 25 mL ずつで同様に 2 回抽出する．クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g をおいた漏斗でろ過する．全クロロホルム抽出液を合わせ，酢酸 (100) 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 59.47 mg $C_{11}H_{14}N_2S \cdot C_{23}H_{16}O_6$

貯　法　容　　器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩

Pyridoxine Hydrochloride
塩酸ピリドキシン
ビタミン B_6



$C_8H_{11}NO_3$・HCl：205.64
4, 5-Bis(hydroxymethyl)-2-methylpyridine-3-ol monohydrochloride ［*58-56-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，無水酢酸，酢酸（100）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

融点：約 206 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピリドキシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したピリドキシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 2.5 ～ 3.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン/テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（65：13：13：9）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）溶液（1 → 20）を均等に噴霧した後，風乾し，更に 2, 6-ジブロモ-*N*-クロロ-1, 4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（99.5）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧した後，風乾するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL 及び無水酢酸 5 mL を加え，穏やかに煮沸して溶かす．冷後，無水酢酸 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.56 mg $C_8H_{11}NO_3$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ピリドキシン塩酸塩注射液

Pyridoxine Hydrochloride Injection
塩酸ピリドキシン注射液
ビタミン B_6 注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl：205.64）を含む．

製　法　本品は「ピリドキシン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

本品は光によって徐々に変化する．

pH：3.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.05 g に対応する容量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする．この液 2 mL に，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 288 ～ 292 nm に吸収の極大を示す．

（2） 本品の表示量に従い「ピリドキシン塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品 0.01 g を水 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後，アセトン/テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（65：13：13：9）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール（99.5）（3 → 10）溶液（1 → 20）を均等に噴霧した後，風乾し，更に 2, 6-ジブロモ-*N*-クロロ-1, 4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（99.5）溶液（1 → 1000）を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青

色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

エンドトキシン〈*4.01*〉 3.0 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）約 20 mg に対応する容量を，必要ならば水で薄めた後，正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にピリドキシン塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 mL ずつを正確に量り，それぞれにバルビタール緩衝液 2.0 mL，2-プロパノール 9.0 mL 及び新たに製した 2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 4000）2.0 mL を加えてよく振り混ぜ，更に 2-プロパノールを加えて正確に 25 mL とし，90 分間放置する．これらの液につき，水 1 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 650 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ピリドキシン塩酸塩（$C_8H_{11}NO_3$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/5)$

W_S：ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法

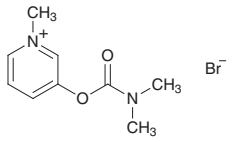
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ピリドスチグミン臭化物

Pyridostigmine Bromide

臭化ピリドスチグミン



$C_9H_{13}BrN_2O_2$：261.12

3-Dimethylcarbamoyloxy-1-methyl-pyridinium bromide

［*101-26-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピリドスチグミン臭化物（$C_9H_{13}BrN_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

本品は潮解性である．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 0.6 mL を加えるとき，ジメチルアミンの不快なにおいを発する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 30000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融 点〈*2.60*〉 153 ～ 157 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/塩化アンモニウム試液混液（5：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），100 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

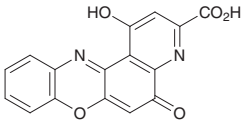
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL を加えて溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.11 mg $C_9H_{13}BrN_2O_2$

貯 法 容 器 密封容器．

ピレノキシン

Pirenoxine



$C_{16}H_8N_2O_5$：308.25

1-Hydroxy-5-oxo-5*H*-pyrido[3,2-*a*]phenoxazine-3-carboxylic acid ［*1043-21-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピレノキシン（$C_{16}H_8N_2O_5$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄褐色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール（95），テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 250 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg を pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL に溶かし，L-アスコルビン酸溶液（1 → 50）5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，暗紫色の沈殿を生じる．

（2）　本品のpH6.5のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 10 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレノキシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレノキシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：塩化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.39 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 4.5 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 6.5 に調整する．この液 700 mL にアセトニトリル 200 mL 及びテトラヒドロフラン 30 mL を加えて混和する．

流量：ピレノキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：ピレノキシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 30 mL とする．この液 5 μL から得たピレノキシンのピーク面積が，標準溶液のピレノキシンのピーク面積の 5 ～ 8 % になることを確認する．

システムの性能：本品 3 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 16 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピレノキシン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピレノキシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ジメチルスルホキシド 140 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，水 30 mL を加え，直ちに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.165 mg $C_{16}H_8N_2O_5$

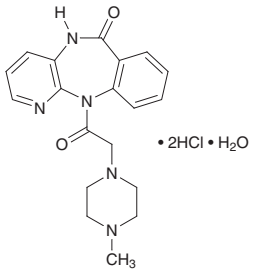
貯　法　容　　器　気密容器．

ピレンゼピン塩酸塩水和物

Pirenzepine Hydrochloride Hydrate

塩酸ピレンゼピン

塩酸ピレンゼピン水和物



$C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl・H_2O：442.34

11-[(4-Methylpiperazin-1-yl)acetyl]-5,11-dihydro-6*H*-pyrido[2,3-*b*][1,4]benzodiazepin-6-one dihydrochloride monohydrate ［*29868-97-1*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ピレンゼピン塩酸塩（$C_{19}H_{21}N_5O_2$・2HCl：424.32）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品 1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.0 ～ 2.0

である．

融点：約 245 ℃（分解）．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 F 1.2 mL に薄めた塩酸（1 → 40）8.8 mL を加える．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.3 g を水 10 mL に溶かす．この液 1 mL を量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて 10 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のピレンゼピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 3/5 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.2 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

移動相 B：メタノール

移動相 C：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A，移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）	移動相 C（vol%）
0 ～ 15	55 → 25	30	15 → 45
15 ～	25	30	45

流量：ピレンゼピンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピレンゼピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たピレンゼピンのピークの面積が，標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸フェニルピペラジン 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かす．この液 1 mL 及び試料溶液 1 mL を混和し，メタノール 5 mL を加えた後，移動相 A を加えて 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピレンゼピン，フェニルピペラジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピレンゼピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 3.5 ～ 5.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 14.14 mg $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

ピロ亜硫酸ナトリウム

Sodium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸ナトリウム

$Na_2S_2O_5$：190.11

本品は定量するとき，ピロ亜硫酸ナトリウム（$Na_2S_2O_5$）95.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，二酸化イオウのにおいがある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

本品は吸湿性である．

本品は空気中で徐々に分解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及び亜硫酸水素塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） チオ硫酸塩 本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし，希

塩酸 5 mL を徐々に加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 10 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに赤色となるまで加え，次に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸 5 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（4） 鉄〈1.10〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，硫酸 1 mL を加え，砂浴上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り，直ちに正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を入れたヨウ素瓶に入れ，密栓して振り混ぜ，暗所に 5 分間放置する．次に塩酸 1 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 4.753 mg $Na_2S_2O_5$

貯 法

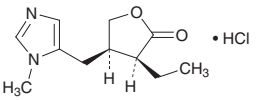
保存条件 遮光して，なるべく全満し，30 ℃ 以下で保存する．

容 器 気密容器．

ピロカルピン塩酸塩

Pilocarpine Hydrochloride

塩酸ピロカルピン



$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl：244.72

(3*S*, 4*R*)-3-Ethyl-4-(1-methyl-1*H*-imidazol-5-ylmethyl)-4, 5-dihydrofuran-2(3*H*)-one monohydrochloride

[*54-71-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ピロカルピン塩酸塩（$C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

本品は吸湿性である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，希硝酸 1 滴，過酸化水素試液 1 mL，クロロホルム 1 mL 及び二クロム酸カリウム溶液（1 → 300）1 滴を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は紫色を呈し，水層は無色～淡黄色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）1 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿又は混濁を生じる．

融 点〈2.60〉 200 ～ 203 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 5.0 mL に希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硝酸塩 （1）の試料溶液 2.0 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL を加え，これを硫酸 4 mL 上に層積するとき，境界面は暗褐色を呈しない．

（3） 類縁物質 本品 0.3 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア試液混液（85：14：2）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 10 分間乾燥し，冷後，ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） 硫酸呈色物〈1.15〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 B より濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

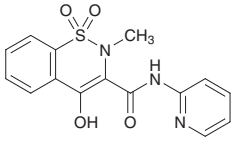
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 24.47 mg $C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ピロキシカム
Piroxicam



$C_{15}H_{13}N_3O_4S$：331.35
4-Hydroxy-2-methyl-*N*-(pyridin-2-yl)-2*H*-1,2-benzothiazine-3-carboxamide 1,1-dioxide ［*36322-90-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ピロキシカム（$C_{15}H_{13}N_3O_4S$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は無水酢酸にやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，酢酸（100）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g をメタノール/0.5 mol/L 塩酸試液混液（490：1）に溶かし，200 mL とする．この液 1 mL を量り，メタノール/0.5 mol/L 塩酸試液混液（490：1）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もしこれらのスペクトルに差を認めるときは，本品をジクロロメタンに溶かした後，ジクロロメタンを蒸発し，残留物を水浴上で乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 75 mg を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピロキシカム以外のピークの面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のピロキシカム以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：2）

流量：ピロキシカムの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロキシカムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たピロキシカムのピーク面積が，標準溶液のピロキシカムのピーク面積の 17.5 ～ 32.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロキシカムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 6000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（1：1）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 33.14 mg $C_{15}H_{13}N_3O_4S$

貯 法 容 器　気密容器．

ピロキシリン
Pyroxylin

本品はセルロースの硝酸エステルで，通例，2-プロパノール又はその他の適当な溶媒で潤したものである．

性　状　本品は白色で，綿状又はフレーク状である．

本品はアセトンに溶けやすく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は熱及び光によって分解し，亜硝酸ガスを発生する．

確認試験　本品は点火するとき，光輝ある炎を上げて極めてよく燃える．

純度試験

（1）　溶状　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その 1.0 g をジエチルエーテル/エタノール（95）混液（3：1）25 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2）　酸　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その 1.0 g に水 20 mL を加え，10 分間振り混ぜてろ過するとき，ろ液は中性である．

（3）　水可溶物　（2）のろ液 10 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物の量は 1.5 mg

以下である．

（4） 強熱残留物　本品を 80 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 2 g を精密に量り，ヒマシ油のアセトン溶液（1 → 20）10 mL で潤して試料をゲル化する．内容物に点火して試料を炭化した後，約 500 ℃ で 2 時間強熱し，デシケーター（シリカゲル）で放冷するとき，残留物の量は 0.30 % 以下である．

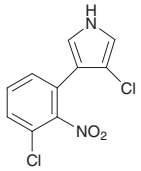
貯　法

保存条件　遮光して，ゆるやかに詰め，火気を避け，なるべく冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

ピロールニトリン

Pyrrolnitrin



$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$：257.07

3-Chloro-4-(3-chloro-2-nitrophenyl)pyrrole　［*1018-71-9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ピロールニトリン（$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色～黄褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はピロールニトリン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　124 ～ 128 ℃

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にキシレン/酢酸エチル/ギ酸混液（18：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに薄めた硫酸（1 → 3）を均等に噴霧し，100 ℃ で 30 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びピロールニトリン標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル（3 → 5）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，薄めたアセトニトリル（3 → 5）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ピロールニトリン（$C_{10}H_6Cl_2N_2O_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ピロールニトリン標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　安息香酸ベンジルの薄めたアセトニトリル（3 → 5）溶液（3 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（11：9）

流量：ピロールニトリンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロールニトリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するピロールニトリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

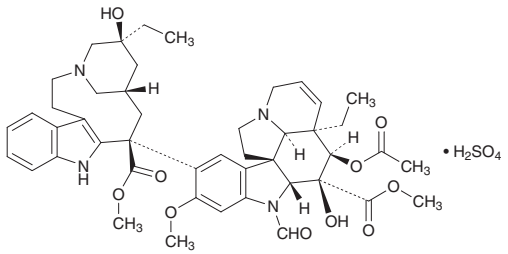
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビンクリスチン硫酸塩

Vincristine Sulfate

硫酸ビンクリスチン



$C_{46}H_{56}N_4O_{10}$・H_2SO_4：923.04

Methyl (3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5*S*,7*S*,9*S*)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-azacycloundecino[5,4-*b*]indol-9-yl]-6-formyl-5-hydroxy-8-methoxy-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1*H*-indolizino[8,1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate

[*2068-78-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンクリスチン硫酸塩（$C_{46}H_{56}N_4O_{10}$・H_2SO_4）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$：＋28.5 ～ ＋35.5°（乾燥物に換算したもの 0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸四アンモニウムセリウム（Ⅳ）・リン酸試液 2 mL に溶かすとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.02 g を塩化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，アンモニア試液で pH を 9 ～ 10 に調整した後，クロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，塩化ナトリウム試液少量で洗った後，無水硫酸ナトリウム少量を加え，数分間放置する．脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を減圧で蒸発乾固し，残留物を少量のクロロホルムに溶かす．この液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の溶液法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 10 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 25 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質　本品 25 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンクリスチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンクリスチンのピーク面積の 2/5 より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：297 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：メタノールを移動相 A とし，水/ジエチルアミン混液（197：3）にリン酸を加え，pH を 7.5 に調整した液を移動相 B とする．試料注入後 24 分間は移動相 A/移動相 B 混液（31：19）を送液し，次の 30 分間は移動相 A の割合を毎分 1 % ずつ増加させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液する．次の 4 分間は移動相 A の割合を毎分 7.5 % ずつ減少させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液し，その後は移動相 A/移動相 B 混液（31：19）を送液する．

流量：ビンクリスチンの保持時間が約 19 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び硫酸ビンブラスチン 10 mg ずつを水 100 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たビンクリスチンのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンクリスチンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉 12.0 % 以下（50 mg，減圧，105 ℃，2 時間）．

定量法　本品約 10 mg を精密に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 296 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する．

ビンクリスチン硫酸塩（$C_{46}H_{56}N_4O_{10}$・H_2SO_4）の量（mg）
$= (A / 177) \times 5000$

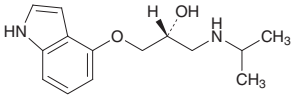
貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

ピンドロール

Pindolol



及び鏡像異性体

$C_{14}H_{20}N_2O_2$：248.32

(2*RS*)-1-(1*H*-Indol-4-yloxy)-3-(1-methylethyl)aminopropan-2-ol ［*13523-86-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ピンドロール（$C_{14}H_{20}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希硫酸又は酢酸（100）に溶ける．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 10000）1 mL に塩酸 1-(4-ピリジル)ピリジニウムクロリド溶液（1 → 1000）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，塩酸 1 mL を加えるとき，液は青色～青紫色を呈し，次に赤紫色に変わる．

（2）　本品 0.05 g を希硫酸 1 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1cm}$（264 nm）：333 ～ 350（10 mg，メタノール，500 mL）．

融　点〈*2.60*〉　169 ～ 173 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，直ちに観察するとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 A 4 mL を正確に量り，水 6 mL を正確に加えて，混和する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/イソプロピルアミン混液（5：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（3 → 5）及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 50）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，メタノール 80 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 24.83 mg $C_{14}H_{20}N_2O_2$

貯　法

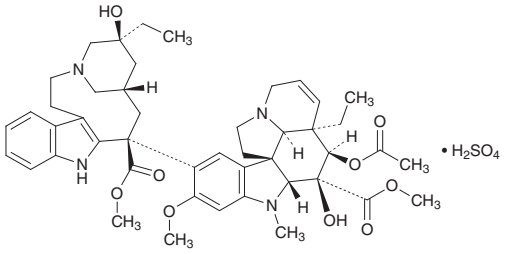
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate

硫酸ビンブラスチン



$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05

Methyl (3a*R*,4*R*,5*S*,5a*R*,10b*R*,13a*R*)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5*S*,7*S*,9*S*)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1,4,5,6,7,8,9,10-octahydro-3,7-methano-3-azacycloundecino[5,4-*b*]indol-9-yl]-5-hydroxy-8-methoxy-6-methyl-3a,4,5,5a,6,11,12,13a-octahydro-1*H*-indolizino[8,1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate ［*143-67-9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

旋光度 〔α〕$^{20}_{D}$：－28 ～ －35°（乾燥物に換算したもの 20 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標

準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はビンブラスチン硫酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 15 mg を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 50 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 類縁物質 本品約 4 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液 200 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1/4 より大きくない．また，試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 3/4 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンブラスチンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確にとり，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 200 μL から得たビンブラスチンのピーク面積が標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1.7 ～ 3.3 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 200 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量 本品約 10 mg につき，次の操作条件で熱分析法第 2 法〈2.52〉により試験を行うとき，15.0 % 以下である．

操作条件

加熱速度：毎分 5 ℃

測定温度範囲：室温 ～ 200 ℃

雰囲気ガス：乾燥窒素

雰囲気ガスの流量：毎分 40 mL

定 量 法 本品及びビンブラスチン硫酸塩標準品（別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のビンブラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 7 mL に水を加えて 500 mL とし，リン酸で pH を 7.5 に調整する．この液 380 mL にメタノール/アセトニトリル混液（4：1）620 mL を加える．

流量：ビンブラスチンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び硫酸ビンクリスチン 10 mg ずつを水 25 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ビンクリスチン，ビンブラスチンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ビンブラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して，−20 ℃ 以下に保存する．

容 器 気密容器．

注射用ビンブラスチン硫酸塩

Vinblastine Sulfate for Injection

注射用硫酸ビンブラスチン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$：909.05）を含む．

製 法 本品は「ビンブラスチン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色～微黄色の軽質の塊又は粉末である．

本品は水に溶けやすい．

本品の水溶液（1 → 1000）の pH は 3.5 ～ 5.0 である．

確認試験 「ビンブラスチン硫酸塩」の確認試験（1）を準用する．

純度試験 類縁物質 本品 4 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液 200 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液の主ピーク

以外のピークの合計面積は，標準溶液のビンブラスチンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

「ビンブラスチン硫酸塩」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉 10 EU/mg 未満．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）約 0.4 mg を含む液となるように，水に溶かし，正確に V mL とし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品（別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / V)$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

不溶性異物〈*6.06*〉 第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉 第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉 メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品につき，ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）0.10 g に対応する個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，100 mL のメスフラスコに移す．各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする．別にビンブラスチン硫酸塩標準品（別途「ビンブラスチン硫酸塩」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，水に溶かして正確に 25 mL とし，標準溶液とする．以下「ビンブラスチン硫酸塩」の定量法を準用する．

ビンブラスチン硫酸塩（$C_{46}H_{58}N_4O_9 \cdot H_2SO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：乾燥物に換算したビンブラスチン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

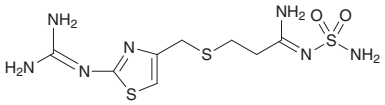
貯　法

保存条件　遮光して，2 ～ 8 ℃ に保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ファモチジン

Famotidine



$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45

N-Aminosulfonyl-3-{[2-(diaminomethyleneamino)-1,3-thiazol-4-yl]methylsulfanyl}propanimidamide

[*76824-35-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色～帯黄白色の結晶である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は 0.5 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 164 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g を 0.5 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g を酢酸（100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，酢酸（100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL，2 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれに酢酸（100）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5 ～ 7 μm，蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，窒素気流中で乾燥する．次に酢酸エチル/メタノール/トルエン/アンモニア水（28）混液（40：25：20：2）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットと比較して総量を求めるとき，0.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.87 mg $C_8H_{15}N_7O_2S_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ファモチジン散

Famotidine Powder

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製 法 本品は「ファモチジン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品の表示量に従いファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，試験液に pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 266 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 mg/g 散及び 100 mg/g 散の 15 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上及び 85 % 以上である．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の表示量に対する溶出率（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

C：1 g 中のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の表示量（mg）

定 量 法 本品のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，水 20 mL を加え，よく振り混ぜる．次にメタノール 20 mL を加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ファモチジン錠

Famotidine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製 法 本品は「ファモチジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，その表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素

カリウム試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，更によく振り混ぜた後，1 mL 中にファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.2 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 500)$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品のファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）0.2 g に対応する個数をとり，水 50 mL を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノール 100 mL を加え，更によく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，遠心分離する．上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器　気密容器．

注射用ファモチジン
Famotidine for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$：337.45）を含む．

製法　本品は「ファモチジン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の多孔性の塊又は粉末である．

確認試験　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.01 g に対応する量をとり，0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL を加えて溶かす．この液 5 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 263 ～ 267 nm に吸収の極大を示す．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02 g に対応する量をとり，水 1 mL を加えて溶かした液の pH は 4.9 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品の表示量に従い「ファモチジン」0.02 g に対応する量をとり，水 1 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）類縁物質　本品につき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.1 g に対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のファモチジン以外の各々のピークの合計面積は，標準溶液のファモチジン

のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からファモチジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たファモチジンのピーク面積が，標準溶液のファモチジンのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ファモチジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 1.5 % 以下（0.1 g，電量滴定法）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 15 EU/mg 未満．

定 量 法 本品につき，ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）約 0.1 g に対応する個数をとり，開封し，それぞれの内容物に水を加えて溶かし，各々の容器は水で洗い，洗液は先の液に合わせ，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ファモチジンを酸化リン（V）を乾燥剤として 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファモチジン（$C_8H_{15}N_7O_2S_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：定量用ファモチジンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 500）5 mL に水を加えて 50 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH 3.0 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える．

流量：ファモチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ファモチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 11 以上である．

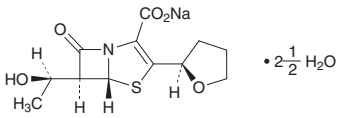
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファモチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

ファロペネムナトリウム水和物

Faropenem Sodium Hydrate

ファロペネムナトリウム



$C_{12}H_{14}NNaO_5S \cdot 2\frac{1}{2}H_2O$：352.34

Monosodium (5*R*,6*S*)-6-[(1*R*)-1-hydroxyethyl]-7-oxo-3-[(2*R*)-tetrahydrofuran-2-yl]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ene-2-carboxylate hemipentahydrate

[*122547-49-3*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 ～ 943 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）としての量を質量（力価）で示す．

性　状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg を塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 1 mL に溶かし，3 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色～褐色を呈する．

（2） 本品及びファロペネムナトリウム標準品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品及びファロペネムナトリウム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとファロペネムナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋145 ～ ＋150 °（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　別に規定する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉 12.6 ～ 13.1 %（20 mg，電量滴定法）．

定 量 法 本品及びファロペネムナトリウム標準品約 25 mg

（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて溶かし，50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：305 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 4.8 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.4 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とする．この液 870 mL にアセトニトリル 130 mL を加える．

流量：ファロペネムの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ファロペネムの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するファロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ファロペネムナトリウム錠
Faropenem Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の 94.0 ～ 106.0 % に対応するファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）を含む．

製　法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」70 mg（力価）に対応する量をとり，水を加えて 100 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過した液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 254 ～ 258 nm 及び 304 ～ 308 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 180 mL を加えて崩壊するまで激しく振り混ぜた後，表示量に従い 1 mL 中に「ファロペネムナトリウム水和物」約 1 mg（力価）を含む液となるように水を加えて正確に *V* mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 275 nm，305 nm 及び 354 nm における吸光度 A_{T275}，A_{T305}，及び A_{T354} 並びに A_{S275}，A_{S305}，及び A_{S354} を測定し，A_T 及び A_S を計算する．

$A_T = A_{T305} - (49 \times A_{T275} + 30 \times A_{T354}) / 79$

$A_S = A_{S305} - (49 \times A_{S275} + 30 \times A_{S354}) / 79$

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 25)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

定 量 法　本品 5 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えてよく振り混ぜた後，50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

シロップ用ファロペネムナトリウム
Faropenem Sodium for Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 106.0 % に対応するファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$：285.32）を含む．

製　法　本品は「ファロペネムナトリウム水和物」をとり，シロップ剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」25 mg（力価）に対応する量をとり，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL に水を加えて 50 mL とし，必要ならばろ過し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長

254 ～ 258 nm 及び 304 ～ 308 nm に吸収の極大を示す．

水　分〈2.48〉 1.5 ～ 2.1 %（80 mg，電量滴定法）．

製剤均一性〈6.02〉 分包したものは，質量偏差試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品を必要ならば粉末とし，本品の表示量に従いファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えてよく振り混ぜ，水を加えて 50 mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にファロペネムナトリウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．以下「ファロペネムナトリウム水和物」の定量法を準用する．

ファロペネム（$C_{12}H_{15}NO_5S$）の量［mg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ファロペネムナトリウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

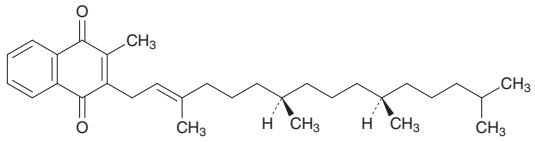
容　　器　気密容器．

フィトナジオン

Phytonadione

ビタミン K_1

フィトメナジオン



$C_{31}H_{46}O_2$：450.70

2-Methyl-3-[(2*E*,7*R*,11*R*)-3,7,11,15-tetramethylhexadec-2-en-1-yl]-1,4-naphthoquinone ［*84-80-0*］

本品は定量するとき，フィトナジオン（$C_{31}H_{46}O_2$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状 本品は黄色～だいだい黄色の澄明な粘性の液である．

本品はイソオクタンと混和する．

本品はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解し，赤褐色になる．

比重　d_{20}^{20}：約 0.967

確認試験

（1）本品のイソオクタン溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のイソオクタン溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

屈 折 率〈2.45〉 n_D^{20}：1.525 ～ 1.529

純度試験

（1） 吸光度の比　本品のイソオクタン溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 248.5 nm，253.5 nm 及び 269.5 nm における吸光度 A_1，A_2 及び A_3 を測定するとき，A_2/A_1 は 0.69 ～ 0.73，A_2/A_3 は 0.74 ～ 0.78 である．また，本品のイソオクタン溶液（1 → 10000）につき，波長 284.5 nm 及び 326 nm における吸光度 A_4 及び A_5 を測定するとき，A_4/A_5 は 0.28 ～ 0.34 である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） メナジオン　本品 20 mg を水/エタノール（95）混液（1：1）0.5 mL に溶かし，3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール（95）溶液（1 → 20）1 滴及びアンモニア水（28）1 滴を加え，2 時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

異性体比 本操作は光を避け，速やかに行う．本品 30 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 4 mL に移動相を加えて 25 mL とする．この液 10 mL に移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，*Z* 体のピーク面積 A_{TZ} 及び *E* 体のピーク面積 A_{TE} を測定するとき，$A_{TZ}/(A_{TZ} + A_{TE})$ は 0.05 ～ 0.18 である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，*Z* 体，*E* 体の順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*E* 体及び *Z* 体のピークの合計面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本操作は光を避け，速やかに行う．本品及びフィトナジオン標準品約 30 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に 25 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 7 mL を正確に加え，移動相を加えて 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する *E* 体及び

Z 体のピークの合計面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フィトナジオン（$C_{31}H_{46}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フィトナジオン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸コレステロールの移動相溶液（1 → 400）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液（4000：3）

流量：フィトナジオンの 2 つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*Z* 体，*E* 体の順に溶出し，*Z* 体と *E* 体の分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する *E* 体及び *Z* 体のピークの合計面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

乾燥弱毒生風しんワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Rubella Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は弱毒生風しんウイルスを含む．

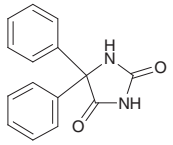
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生風しんワクチンの条に適合する．

性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

フェニトイン

Phenytoin

ジフェニルヒダントイン



$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27

5,5-Diphenylimidazolidine-2,4-dione　［*57-41-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 296 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.02 g をアンモニア試液 2 mL に溶かし，硝酸銀試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g にアンモニア試液 1 mL 及び水 1 mL を加えて煮沸し，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 20）50 mL にアンモニア試液 10 mL を加えた液 2 mL を滴加するとき，赤色の結晶性の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を混ぜ，加熱して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（4）　本品 0.1 g にサラシ粉試液 3 mL を加え，5 分間振り混ぜ，熱湯 15 mL を加えて油状の沈降物を溶かす．冷後，希塩酸 1 mL を滴加し，更に水 4 mL を加え，生じた白色の沈殿をろ取し，水で洗った後，沈殿に付着する水分をろ紙で圧して除く．次に沈殿をクロロホルム 1 mL に溶かし，薄めたエタノール（9 → 10）5 mL を加え，ガラス棒で器壁をこすって白色の結晶性の沈殿を生成させる．この沈殿をエタノール（95）で洗った後，乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は，165 ～ 169 ℃ である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．また，これを加熱するとき，白濁を生じない．冷後，これにアセトン 5 mL を混和するとき，液は無色澄明である．

（2）　酸又はアルカリ　本品 2.0 g に水 40 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とし，次の試験を行う．

（i）　試料溶液 10 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液は無色である．また，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.15 mL を追加するとき，液は赤色を呈する．

（ii）　試料溶液 10 mL に 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及びメチルレッド試液 5 滴を加えるとき，液は赤色～だいだい色を呈する．

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.30 g をアセトン 30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）40 mL を加え，加温して溶かし，直ちにチモールフタレイン試液 0.5 mL を加え，液が淡青色を呈する

まで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，次にピリジン 1 mL，フェノールフタレイン試液 5 滴及び硝酸銀試液 25 mL を加え，液が 1 分間持続する淡赤色を呈するまで，更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 25.23 mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

フェニトイン散

Phenytoin Powder

ジフェニルヒダントイン散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）を含む．

製 法 本品は「フェニトイン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「フェニトイン」0.3 g に対応する量をとり，ジエチルエーテル 100 mL ずつで 2 回よくかき混ぜて抽出し，抽出液を合わせてろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

定 量 法 本品のフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）100 mL を正確に加えて 30 分間かき混ぜた後，遠心分離する．上澄液 50 mL を正確に量り，チモールフタレイン試液 0.5 mL を加え，液が淡青色を呈するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加し，次にピリジン 1 mL，フェノールフタレイン試液 5 滴及び硝酸銀試液 12.5 mL を加え，液が 1 分間持続する淡赤色を呈するまで，更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 25.23 mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

フェニトイン錠

Phenytoin Tablets

ジフェニルヒダントイン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するフェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）を含む．

製 法 本品は「フェニトイン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 定量法で得た残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

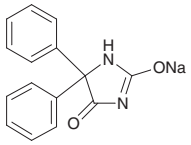
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，希塩酸 1 mL 及び水 10 mL を加え，ジエチルエーテル 100 mL で 1 回，次に 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，ジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，質量を量り，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）の量とする．

貯 法 容 器 密閉容器．

注射用フェニトインナトリウム

Phenytoin Sodium for Injection

注射用ジフェニルヒダントインナトリウム



$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$：274.25

Monosodium 5,5-diphenyl-4-oxoimidazolidin-2-olate

［*630-93-3*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）98.5 % 以上を含み，表示量の 92.5 ～ 107.5 % に対応するフェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）を含む．

製 法 本品は注射剤の製法により製する．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は約 12 である．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液は放置するとき，徐々に二酸化炭素を吸収してフェニトインの結晶を析出する．

確認試験

（1） 定量法で得た残留物につき，「フェニトイン」の確認試験を準用する．

（2） 本品 0.5 g を強熱し，冷後，残留物を水 10 mL に溶かした液は，赤色リトマス紙を青変する．また，この液はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を共栓試験管にとり，新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である．また，わずかに混濁することがあっても，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 4.0 mL を加えるとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 2.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

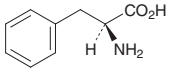
定 量 法 本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．これを乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 50 mL に溶かし，希塩酸 10 mL を加え，ジエチルエーテル 100 mL で抽出する．更にジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出し，全抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，質量を量り，フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$：252.27）の量とする．

フェニトインナトリウム（$C_{15}H_{11}N_2NaO_2$）の量（mg）
= フェニトイン（$C_{15}H_{12}N_2O_2$）の量（mg）× 1.0871

貯 法 容 器 密封容器.

L-フェニルアラニン

L-Phenylalanine



$C_9H_{11}NO_2$：165.19
(2*S*)-2-Amino-3-phenylpropanoic acid ［*63-91-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-フェニルアラニン（$C_9H_{11}NO_2$）98.5 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−33.0 ～ −35.5°（乾燥後，0.5 g，水，25 mL，100 mm）.

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.3 ～ 6.3 である.

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）.

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）.

（4） アンモニウム〈*1.02*〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）.

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，水 15 mL を加え，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）.

（7） 類縁物質 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）.

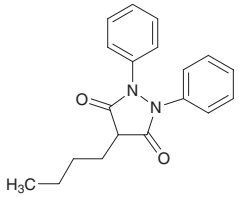
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.17 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.52 mg $C_9H_{11}NO_2$

貯 法 容 器 気密容器.

フェニルブタゾン

Phenylbutazone



$C_{19}H_{20}N_2O_2$：308.37
4-Butyl-1,2-diphenylpyrazolidine-3,5-dione ［*50-33-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニルブタゾン（$C_{19}H_{20}N_2O_2$）99.0 % 以上を含む.

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い.

本品はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1） 本品 0.1 g に酢酸（100）1 mL 及び塩酸 1 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，水 10 mL を加え，氷冷する．この液をろ過し，ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 3 ～ 4 滴を加える．この液 1 mL に 2-ナフトール試液 1 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は濃赤色を呈する.

（2） 本品 1 mg を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融 点〈*2.60*〉 104 ～ 107 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム溶液（2 → 25）20 mL に溶かし，25±1 ℃ で 3 時間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は 0.05 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 硫酸呈色物 本品 1.0 g を硫酸 20 mL に溶かし，25±1 ℃ で正確に 30 分間放置するとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 420 nm における吸光度は，0.10 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，アセトン 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の青色が 15 秒間持続するときとする．別にアセトン 25 mL に水 16 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

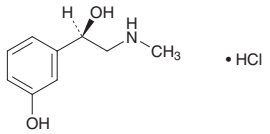
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 30.84 mg $C_{19}H_{20}N_2O_2$

貯 法 容 器 気密容器．

フェニレフリン塩酸塩

Phenylephrine Hydrochloride

塩酸フェニレフリン



$C_9H_{13}NO_2$・HCl：203.67

(1*R*)-1-(3-Hydroxyphenyl)-2-methylaminoethanol monohydrochloride ［*61-76-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェニレフリン塩酸塩（$C_9H_{13}NO_2$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加え，更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）1 mL を加えるとき，液は青色を呈する．次にジエチルエーテル 1 mL を加えて振り混ぜるとき，ジエチルエーテル層は青色を呈しない．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は持続する紫色を呈する．

（3） 本品 0.3 g を水 3 mL に溶かし，アンモニア試液 1 mL を加え，ガラス棒で試験管の内壁をこするとき，沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷冷した水数滴で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 170 ～ 177 ℃ である．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：－42.0 ～ －47.5°（乾燥後，0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

融 点〈*2.60*〉 140 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） ケトン 本品 0.20 g を水 1 mL に溶かし，ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 2 滴及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，酢酸（100）0.6 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：本品を用いないで，同様に操作する．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 40 mL に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 50 mL を正確に加える．更に塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 10 mL を注意して加え，直ちに密栓してよく振り混ぜた後，5 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 3.395 mg $C_9H_{13}NO_2$・HCl

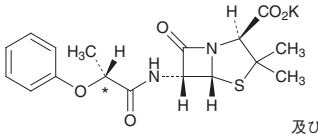
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フェネチシリンカリウム

Phenethicillin Potassium



及びC*位エピマー

$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$：402.51

Monopotassium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*RS*)-2-phenoxypropanoylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate [*132-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 1480 単位を含む．ただし，本品の力価は，フェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）としての量を単位で示し，その 1 単位はフェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）0.68 μg に対応する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+217 ～ +244°（乾燥物に換算したもの 1 g，リン酸塩試液 100 mL，100 mm）．

L-α-フェネチシリンカリウム　本品 50 mg を移動相に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリンのピーク面積 A_D 及び A_L を自動積分法により測定するとき，$A_L/(A_D + A_L)$ は 0.50 ～ 0.70 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（1 → 150）/アセトニトリル混液（41：10）にリン酸を加え，pH を 7.0 に調整する．

流量：L-α-フェネチシリンの保持時間が約 25 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，D-α-フェネチシリン，L-α-フェネチシリンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，L-α-フェネチシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液の D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリン以外のピークの合計面積は標準溶液の D-α-フェネチシリン及び L-α-フェネチシリンのピーク面積の和の 5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は L-α-フェネチシリンカリウムの試験条件を準用する．

面積測定範囲：L-α-フェネチシリンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は L-α-フェネチシリンカリウムのシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得た L-α-フェネチシリンのピーク面積が，標準溶液の L-α-フェネチシリンのピーク面積の 14 ～ 26 % になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品及び乾燥したフェネチシリンカリウム標準品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，それぞれを pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，100 mL の共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 2.0 mL ずつを加え，正確に 15 分間放置した後，それぞれに薄めた塩酸（1 → 10）2.0 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，正確に 15 分間放置する．次に，デンプン試液 0.2 ～ 0.5 mL を加え，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で液が無色になるまで滴定〈*2.50*〉する．別に，試料溶液及び標準溶液にそれぞれ 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，以下，同様に操作して空試験を行い（ただし，15 分間放置しない），補正する．試料溶液及び標準溶液の消費した 0.005 mol/L ヨウ素液の量（mL）をそれぞれ V_T 及び V_S とする．

フェネチシリンカリウム（$C_{17}H_{19}KN_2O_5S$）の量（単位）

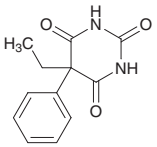
$= W_S \times (V_T / V_S)$

W_S：フェネチシリンカリウム標準品の秤取量（単位）

貯 法 容 器　密閉容器．

フェノバルビタール

Phenobarbital



$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24

5-Ethyl-5-phenylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione

［*50-06-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノバルビタール（$C_{12}H_{12}N_2O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール（95），アセトン又はピリジンに溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

（2）　本品 0.1 g を薄めたピリジン（1 → 10）5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ，5 分間放置するとき，淡赤紫色の沈殿を生じる．これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．別に本品 0.1 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ～ 3 滴及び薄めたピリジン（1 → 10）5 mL を加えて溶かし，クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）試液 0.3 mL を加えるとき，水層に淡赤紫色の沈殿を生じ，振り混ぜるとき，クロロホルム層は着色しない．

（3）　本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ，4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール（95）7 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱した後，1 時間放置し，析出した結晶をろ取し，水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い，エタノール（95）/クロロホルム混液（1：1）から再結晶し，105 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 181 ～ 185 ℃ である．

（4）　本品 0.1 g を硫酸 2 mL に溶かし，硝酸カリウム 5 ～ 6 mg を加えて振り混ぜ，10 分間放置するとき，液は黄色又は黄褐色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　175 ～ 179 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）　フェニルバルビツール酸　本品 1.0 g にエタノール（95）5 mL を加え，3 分間煮沸して溶かすとき，液は澄明である．

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄緑色に変わるときとする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL にエタノール（95）22 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
　＝ 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯　法　容　　器　密閉容器．

フェノバルビタール散 10%

10% Phenobarbital Powder

フェノバルビタール散

本品は定量するとき，フェノバルビタール（$C_{12}H_{12}N_2O_3$：232.24）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

フェノバルビタール	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 5 g にヘキサン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．残留物を水浴上で乾燥し，クロロホルム 30 mL ずつで 4 回抽出する．クロロホルム抽出液を合わせ，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥したものの融点〈*2.60*〉は 174 ～ 179 ℃ である．また，このものにつき，「フェノバルビタール」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

定 量 法　本品約 10 g を精密に量り，共栓フラスコにとり，クロロホルム/エタノール（95）混液（10：1）100 mL を正確に加え，密栓して振り混ぜ，30 分間放置した後，共栓遠心沈殿管に入れ遠心分離する．上澄液 50 mL を正確に量り，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，以下「フェノバルビタール」の定

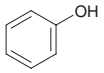
量法を準用する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 23.22 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3$

貯　法　容　　器　密閉容器．

フェノール

Phenol
石炭酸



C_6H_6O：94.11
Phenol ［*108-95-2*］

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～わずかに赤色の結晶又は結晶性の塊で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい．

本品 10 g に水 1 mL を加えるとき，液状となる．

本品は光又は空気によって徐々に赤色を経て暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約 40 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1） 溶状及び液性　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 蒸発残留物　本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.05 % 以下である．

定 量 法　本品約 1.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム 1 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

液状フェノール

Liquefied Phenol
液状石炭酸

本品は「フェノール」に，その 10 % に相当する「常水」又は「精製水」を加えて液状にしたものである．

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）88.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又はわずかに赤色を帯びた液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又はグリセリンと混和する．

本品とグリセリンの等容量混液は水と混和する．

本品は光又は空気によって徐々に暗赤色となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

比重　d_{20}^{20}：約 1.065

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

沸　点〈*2.57*〉 182 ℃ 以下．

純度試験

（1） 溶状及び液性　本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明で，中性又はわずかに酸性を呈し，メチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 蒸発残留物　本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.05 % 以下である．

定 量 法　本品約 1.7 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間しばしば振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，クロロホルム 1 mL を加え，密栓して激しく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

消毒用フェノール

Phenol for Disinfection
消毒用石炭酸

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～わずかに赤色の結晶，結晶の塊又はこれらを含む液で，特異なにおいがある．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に溶けやすい．

本品 10 g に水 1 mL を加えるとき，液状となる．

本品は皮膚を侵して白くする．

凝固点：約 30 ℃

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 10000）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けなくなる．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 15 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 蒸発残留物 本品約 5 g を精密に量り，水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 0.10 % 以下である．

定量法 本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし正確に 1000 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，正確に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 気密容器．

フェノール水

Phenolated Water

石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.3 w/v% を含む．

製法

液状フェノール	22 mL
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL に臭素試液を滴加するとき，白色の沈殿を生じ，揺り動かすとき，初めは溶け，更に過量の臭素試液を加えるとき，沈殿は溶けてなくなる．

定量法 本品 2 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 25 mL を加え，次に正確に 0.05 mol/L 臭素液 40 mL を加え，更に塩酸 5 mL を加え，直ちに密栓して 30 分間振り混ぜ，15 分間放置する．次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法

容器 気密容器．

消毒用フェノール水

Phenolated Water for Disinfection

消毒用石炭酸水

本品は定量するとき，フェノール（C_6H_6O：94.11）2.8 ～ 3.3 w/v% を含む．

製法

消毒用フェノール	31 g
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性状 本品は無色澄明の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品 10 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL につき，「消毒用フェノール」の確認試験（2）を準用する．

定量法 本品 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 25 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「消毒用フェノール」の定量法を準用する．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 1.569 mg C_6H_6O

貯法

容器 気密容器．

フェノール・亜鉛華リニメント

Phenol and Zinc Oxide Liniment

カチリ

製法

液状フェノール	22 mL
トラガント末	20 g
カルメロースナトリウム	30 g
グリセリン	30 mL
酸化亜鉛	100 g
精製水	適量
全量	1000 g

「液状フェノール」，「グリセリン」及び「精製水」を混和し，「トラガント末」を少量ずつかき混ぜながら加えて，一夜放置し，これに「カルメロースナトリウム」を少量ずつかき混ぜながら加えてのり状とし，「酸化亜鉛」を少量ずつ加え，リニメント剤の製法により製する．ただし，「トラガント末」及び「カルメロースナトリウム」のそれぞれ 5 g 以

内の量を互いに増減して，全量 50 g とすることができる．

性　状　本品は白色ののり状で，わずかにフェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品 1 g にジエチルエーテル 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に希水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，よく振り混ぜて水層を分取する．水層 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（2）　本品 1 g を磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．残留物に水 10 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）カリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる（酸化亜鉛）．

（3）　本品 0.5 g に水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にフェノール 0.01 g をクロロホルム 5 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5）/アンモニア水（28）混液（50：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

貯　法　容　　器　気密容器．

歯科用フェノール・カンフル

Dental Phenol with Camphor

製　法

フェノール	35 g
d-又は *dl*-カンフル	65 g
全　　量	100 g

「フェノール」を加温して溶かし，これに「*d*-カンフル」又は「*dl*-カンフル」を加え，混和して製する．

性　状　本品は無色～淡赤色の液で，特異なにおいがある．

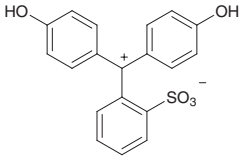
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フェノールスルホンフタレイン

Phenolsulfonphthalein



$C_{19}H_{14}O_5S$：354.38

2-[Bis(4-hydroxyphenyl)methyliumyl]benzenesulfonate

[*143-74-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は鮮赤色～暗赤色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 5 mg を水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴に溶かし，0.05 mol/L 臭素液 2 mL 及び希硫酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ，5 分間放置した後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は濃青紫色を呈する．

（2）本品 0.01 g に薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 10）を加えて溶かし，200 mL とする．この液 5 mL をとり，薄めた炭酸ナトリウム試液（1 → 10）を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　不溶物　本品約 1 g を精密に量り，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 40）20 mL を加え，しばしば振り混ぜて 1 時間放置した後，水を加えて 100 mL とし，24 時間放置する．不溶物を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）25 mL で 1 回及び水 5 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，残留物は 0.2 % 以下である．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g を希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，*t*-アミルアルコール/酢酸（100）/水混液（4：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをアンモニア蒸気中に放置した後，紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）30 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．これに正確に 0.05

mol/L 臭素液 50 mL を加え，更に塩酸 10 mL を速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜて 5 分間放置し，次にヨウ化カリウム試液 7 mL を加え，直ちに密栓して 1 分間穏やかに振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L 臭素液 1 mL ＝ 4.430 mg $C_{19}H_{14}O_5S$

貯 法 容 器 密閉容器．

フェノールスルホンフタレイン注射液

Phenolsulfonphthalein Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$：354.38）0.54 ～ 0.63 w/v% を含む．

製 法

フェノールスルホンフタレイン	6 g
塩化ナトリウム	9 g
炭酸水素ナトリウム	1.43 g
（又は水酸化ナトリウム	0.68 g）
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品はだいだい黄色～赤色澄明の液である．

確認試験 本品 1 mL に水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加え，以下「フェノールスルホンフタレイン」の確認試験（1）を準用する．

pH〈2.54〉 6.0 ～ 7.6

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

感 度 本品 1.0 mL に水 5 mL を加えた液 0.20 mL をとり，これに新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は濃赤紫色を呈する．また，0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を追加するとき，液の色は淡黄色に変わる．

定 量 法 本品 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フェノールスルホンフタレインをデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 100）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 559 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フェノールスルホンフタレイン（$C_{19}H_{14}O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用フェノールスルホンフタレインの秤取量（mg）

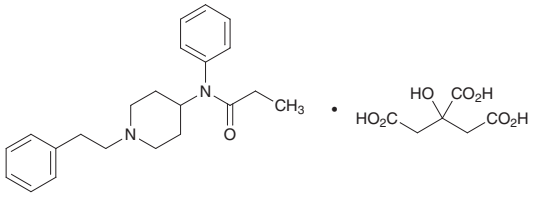
貯 法 容 器 密封容器．

フェンタニルクエン酸塩

Fentanyl Citrate

クエン酸フェンタニール

クエン酸フェンタニル



$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$：528.59

N-(1-Phenethylpiperidin-4-yl)-*N*-phenylpropanamide monocitrate ［*990-73-8*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フェンタニルクエン酸塩（$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品 0.05 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール（95）に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）はクエン酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融 点〈2.60〉 150 ～ 154 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液か

ら得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.2 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 75 mg を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 10.57 mg $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$

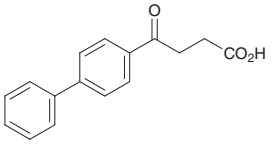
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フェンブフェン

Fenbufen



$C_{16}H_{14}O_3$：254.28

4-(Biphenyl-4-yl)-4-oxobutanoic acid ［*36330-85-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フェンブフェン（$C_{16}H_{14}O_3$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，味は苦い．

本品はアセトンにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 188 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，硫酸 2 mL を加え，弱く加熱して炭化する．以下，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.1 g を，アセトン 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（80：20：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.3 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，エタノール（99.5）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

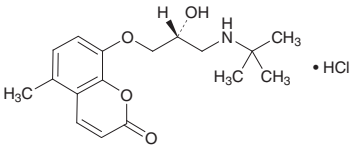
0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
＝ 25.43 mg $C_{16}H_{14}O_3$

貯 法 容 器 気密容器．

ブクモロール塩酸塩

Bucumolol Hydrochloride

塩酸ブクモロール



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$：341.83

8-{(2*RS*)-3-[(1,1-Dimethylethyl)amino]-2-hydroxypropyloxy}-5-methylchromen-2-one monohydrochloride ［*36556-75-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブクモロール塩酸塩（$C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 228 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を薄めたエタノール（1 → 2）10 mL に溶かした液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する．この液に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性にするとき，蛍光は消える．更にこの液に希塩酸を加えて酸性とするとき，再び蛍光を発する．

（2） 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 60000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは

同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\,\%}_{1\,\mathrm{cm}}$(296 nm)：330 ～ 360（乾燥後，40 mg，水，2500 mL）．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液混液（30：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

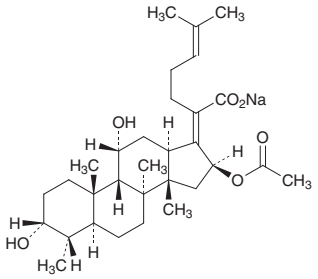
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）45 mL を加え，60 ℃ に加温して溶かし，冷後，無水酢酸 105 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

フシジン酸ナトリウム

Sodium Fusidate



$C_{31}H_{47}NaO_6$：538.69

Monosodium (17*Z*)-*ent*-16α-acetoxy-3β,11β-dihydroxy-4β,8β,14α-trimethyl-18-nor-5β,10α-cholesta-17(20),24-dien-21-oate ［*751-94-0*］

本品は，*Fusidium coccineum* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 935 ～ 969 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フシジン酸（$C_{31}H_{48}O_6$：516.71）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

確認試験

（1）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

水 分〈2.48〉 2.0 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の ii を用いる．

（iii） 標準溶液 フシジン酸ジエタノールアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，エタノール（95）2 mL に溶かし，水を加えて正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

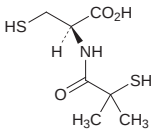
貯　法

保存条件　遮光して，2 ～ 8 ℃ で保存する．

容　　器　気密容器．

ブシラミン

Bucillamine



$C_7H_{13}NO_3S_2$：223.31

(2*R*)−2−(2−Methyl−2−sulfanylpropanoylamino)−3−sulfanylpropanoic acid

［*65002−17−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブシラミン（$C_7H_{13}NO_3S_2$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 250）5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，次にペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋33.0 ～ ＋36.5°（乾燥後，2 g，エタノール（95），50 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　136 ～ 140 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 60 mg を水/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，直ちに次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブシラミンに対する相対保持時間約 2.3 の類縁物質及び相対保持時間約 3.1 の類縁物質のピーク面積は，それぞれ標準溶液のブシラミンのピーク面積の 8/15 及び 2/5 より大きくなく，試料溶液のブシラミン，ブシラミンに対する相対保持時間約 2.3 の類縁物質及び相対保持時間約 3.1 の類縁物質以外のピークの面積は標準溶液のブシラミンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.01 mol/L クエン酸試液/メタノール混液（1：1）

流量：ブシラミンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブシラミンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加え，正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たブシラミンのピーク面積が，標準溶液のブシラミンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：ブシラミン 0.10 g 及び 4−フルオロ安息香酸 10 mg をメタノール 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブシラミン，4−フルオロ安息香酸の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，6 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

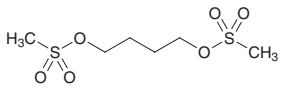
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，メタノール 35 mL に溶かし，水 15 mL を加え，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 11.17 mg $C_7H_{13}NO_3S_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ブスルファン

Busulfan



$C_6H_{14}O_6S_2$：246.30

Tetramethylenedimethanesulfonate　［*55−98−1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブスルファン（$C_6H_{14}O_6S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はジエチルエーテルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液を 5 mL を加え，加熱して溶かし，試料溶液とする．

（i） 試料溶液 7 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤紫色は，青紫色から青色を経て緑色に変わる．

（ii） 試料溶液 7 mL に希硫酸を加えて酸性とした後，過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の色は変化しない．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 115 ～ 118 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 40 mL を加え，加熱して溶かし，15 分間氷冷した後，ろ過する．残留物を水 5 mL で洗い，洗液をろ液に合わせ，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り，水 40 mL を加え，還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸し，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 12.32 mg $C_6H_{14}O_6S_2$

貯　法

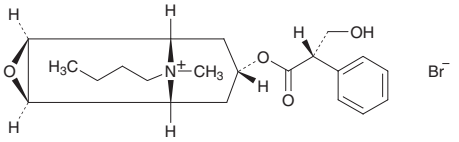
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブチルスコポラミン臭化物

Scopolamine Butylbromide

臭化ブチルスコポラミン



$C_{21}H_{30}BrNO_4$：440.37

(1*S*,2*S*,4*R*,5*R*,7*s*)-9-Butyl-7-[(2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-9-methyl-3-oxa-9-azoniatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]nonane bromide ［*149-64-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブチルスコポラミン臭化物（$C_{21}H_{30}BrNO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 140 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 1 mg に発煙硝酸 3 ～ 4 滴を加え，水浴上で蒸発乾固する．冷後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－18.0 ～ －20.0°（乾燥後，1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない．

比較液：色の比較液 F 0.5 mL に薄めた塩酸（1 → 40）を加えて 20 mL とする．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に臭化水素酸スコポラミン 10 mg を移動相に溶かして正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のスコポラミンのピーク面積は標準溶液（2）のピーク面積より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク並びにスコポラミン及びブチルスコポラミン以外のピーク面積はそれぞれ標準溶液（1）のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を水 370 mL

及びメタノール 680 mL に溶かした後，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を 3.6 に調整する．

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：ブチルスコポラミンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及び臭化水素酸スコポラミン 5 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，スコポラミン，ブチルスコポラミンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スコポラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL 及び無水酢酸 30 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.04 mg $C_{21}H_{30}BrNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ブドウ酒

Wine

本品はブドウ *Vitis vinifera* Linné（*Vitaceae*）又はその他の品変種の果実を発酵して得た果実酒である．

本品は定量するとき，エタノール（C_2H_6O：46.07）11 vol% 以上，14 vol% 未満（比重による）及び酒石酸（$C_4H_6O_6$：150.09）0.10 ～ 0.40 w/v% を含む．

本品は合成甘味料及び合成着色料を含まない．

性 状 本品は淡黄色又は帯赤紫色～赤紫色の液で，特異な芳香があり，味はわずかに渋く，やや刺激性である．

比 重〈*2.56*〉 d^{20}_{20}：0.990 ～ 1.010

旋 光 度〈*2.49*〉 本品 160 mL を加熱して沸騰したとき，水酸化カリウム試液を加えて中性とした後，水浴上で加熱濃縮して 80 mL とする．冷後，水を加えて 160 mL とし，次酢酸鉛試液 16 mL を加え，よく振り混ぜてろ過する．ろ液 100 mL に硫酸ナトリウム飽和溶液 10 mL を加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 mL を 24 時間放置した後，活性炭 0.5 g を加えて振り混ぜ，密栓して 10 分間放置してろ過する．ろ液につき，層長 200 mm で旋光度を測定する．この旋光度に 1.21 を乗じて本品の旋光度とするとき，−0.3 ～ +0.3 ° である．

純度試験

（1） 総酸〔酒石酸（$C_4H_6O_6$）として〕 本品 10 mL を正確に量り，新たに煮沸して冷却した水 250 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 7.504 mg $C_4H_6O_6$

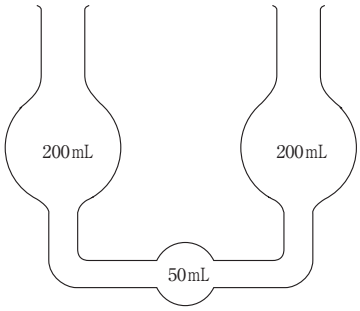
総酸の量は 0.40 ～ 0.80 w/v% である．

（2） 揮発酸〔酢酸（$C_2H_4O_2$：60.05）として〕 本品 100 mL をビーカーにとり，（1）の試験に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量に 1 mL を加えた容量の 1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えてアルカリ性とし，50 mL となるまで水浴上で加熱濃縮する．冷後，水を加えて全量を 100 mL とし，これをあらかじめ塩化ナトリウム 100 g を加えた 1000 mL の蒸留フラスコに入れ，次に水 100 mL でビーカーを洗い，洗液は蒸留フラスコに合わせる．これに L−酒石酸溶液（3 → 20）5 mL を加え，蒸留フラスコ中の液量が増減しないように注意して 45 分間で留液 450 mL を得るまで水蒸気蒸留を行う．留液に水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 250 mL をとり，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.005 mg $C_2H_4O_2$

揮発酸の量は 0.15 w/v% 以下である．

（3） 二酸化イオウ 750 mL の丸底フラスコに 2 孔のある栓をし，その 1 孔にはフラスコの底部にほとんど達するガラス管 A を，他の 1 孔にはフラスコの首のところで終わるガラス管 B を挿入する．B 管はリービッヒ冷却管に連結し，冷却器の先端は下端の内径 5 mm の接続管に，接続管の他端はゴム栓に穴をあけて図のような球付き U 字管に連結する．A 管から過マンガン酸カリウム溶液（3 → 100）で洗った二酸化炭素を通じ，装置内の空気を置換した後，U 字管に，新たに製した薄めたデンプン試液（1 → 5）50 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加え，U 字管の他端からビュレットを用い，0.01 mol/L ヨウ素液 1 ～ 2 滴を加える．二酸化炭素を通じながら蒸留フラスコの栓を少し開き，本品 25 mL を正確に量って加え，更に新たに煮沸して冷却した水 180 mL，タンニン酸 0.2 g 及びリン酸 30 mL を加え，栓を閉じ，更に二酸化炭素を 15 分間通じた後，蒸留フラスコを注意して加熱し，1 分間に留液 40 ～ 50 滴を得るような速度で蒸留する．このとき，U 字管のデンプン試液が脱色したときは，ビュレットから 0.01 mol/L ヨウ素液を滴加し，デンプン試液の呈色が淡青色～青色を常に保つようにする．留液が蒸留し始めてから正確に 60 分間経過したときの 0.01 mol/L ヨウ素液の消費量を読みとる．ただし，0.01 mol/L ヨウ素液 1 滴によるデンプン試液の呈色は 1 分間以上持続するものとする．



0.01 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 0.6406 mg SO_2

二酸化イオウ（SO_2：64.06）の量は 7.5 mg 以下である．

（4） 総硫酸　本品 10 mL をビーカーにとり，加熱して沸騰させ，塩化バリウム二水和物 5.608 g 及び塩酸 50 mL に水を加えて 1000 mL とした液 50 mL を加え，ふたをし，蒸発する水を補いながら水浴上で 2 時間加熱し，冷後，遠心分離して上澄液を別のビーカーに傾斜し，この液に希硫酸 1 ～ 2 滴を加え，1 時間放置するとき，白色の沈殿を生じる．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 10 mL を水浴上で蒸発乾固した後，残留物につき，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（0.2 ppm 以下）．

（6） グリセリン　本品 100 mL を正確に量り，150 mL の磁製皿に入れ，水浴上で加熱濃縮して 10 mL とし，海砂（1 号）1 g を加えて混ぜ，水酸化カルシウム 4 g に水 6 mL を加えた混合物を加えて強アルカリ性とし，絶えずかき混ぜて皿の内側に生じる付着物をはがしながら水浴上で蒸発し，軟塊とする．冷後，エタノール（99.5）5 mL を加えてすり混ぜ，かゆ状とする．これを水浴上で加熱し，かき混ぜながらエタノール（99.5）10 ～ 12 mL を加え，加熱して沸騰させ，100 mL のメスフラスコに移し，熱エタノール（99.5）10 mL で 7 回洗い，洗液はメスフラスコに加え，冷後，更にエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．ろ液 90 mL をとり，水浴上で沸騰しないように加熱して蒸発し，残留物をエタノール（99.5）少量に溶かし，50 mL の共栓メスシリンダーに入れ，エタノール（99.5）少量で数回洗い，洗液をフラスコに加えて 15 mL とする．これに無水ジエチルエーテル 7.5 mL ずつを 3 回加え，毎回強く振り混ぜて放置し，液が全く澄明となったとき，平たいはかり瓶に注入する．メスシリンダーは無水ジエチルエーテル/エタノール（99.5）混液（3：2）5 mL で洗い，洗液ははかり瓶に移し，水浴上で注意して加熱して蒸発し，液が粘稠となったとき，105 ℃ で 1 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，質量を量る．その量は 0.45 ～ 0.90 g である．

（7） 還元糖　旋光度の試料溶液 25 mL を正確に量り，沸騰フェーリング試液 50 mL に加え，更に正確に 2 分間煮沸する．析出した沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いて吸引ろ取し，熱湯，エタノール（95）及びジエチルエーテルで順次洗い，更に吸引しながら乾燥した後，ろ過管を初め弱く，次に強く加熱し，沈殿が全く黒色になったとき，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，質量を量り，酸化銅（Ⅱ）の量とする．その量は 0.325 g 以下である．

（8） ショ糖　旋光度の試料溶液 50 mL をとり，100 mL のフラスコに入れ，薄めた塩酸（1 → 30）を加えて中性とし，更に薄めた塩酸（1 → 30）5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱し，冷後，水酸化カリウム溶液（1 → 100）を加えて中性とし，炭酸ナトリウム試液 4 滴を加え，100 mL のメスフラスコにろ過し，水で洗い，ろ液，洗液及び水を加えて 100 mL とする．この液 25 mL をとり，沸騰フェーリング試液 50 mL に加え，以下（7）と同様に操作して質量を量り，酸化銅（Ⅱ）の量とする．この酸化銅（Ⅱ）の量（g）に 2 を乗じた数から（7）の酸化銅（Ⅱ）の量（g）を減じ，これに 1.2 を乗じた数は 0.104（g）以下である．

（9） 安息香酸，ケイヒ酸又はサリチル酸　（2）の試料溶液 50 mL を正確に量り，分液漏斗に入れ，塩化ナトリウム 10 g 及び希塩酸 2 mL を加えた後，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 3 回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL ずつで 3 回抽出する．アルカリ抽出液を合わせ，水浴上で加温してジエチルエーテルを蒸発し，冷後，1 mol/L 塩酸で中和した後，塩化カリウム・塩酸緩衝液 5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 220 ～ 340 nm における吸光度は 0.15 以下である．

（10） ホウ酸　本品 50 mL を磁製皿にとり，これに炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固した後，強熱する．残留物の半量はホウ酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈しない．また，残りの半量を塩酸 5 mL に溶かすとき，液はホウ酸塩の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈しない．

（11） メタノール　アルコール数測定法〈*1.01*〉の第 1 法により操作して得たエタノール層 1 mL を正確に量り，メタノール試験法〈*1.12*〉により試験を行うとき，これに適合する．ただし，炭酸カルシウム 0.5 g を加えて振り混ぜ，水を加えないで蒸留する．

（12） ホルムアルデヒド　本品 25 mL に塩化ナトリウム 5 g 及び L-酒石酸 0.2 g を加えて蒸留し，留液 15 mL を得る．留液 5 mL にアセチルアセトン試液 5 mL を混和し，水浴中で 10 分間加熱するとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：留液の代わりに水 5 mL を用い，以下同様に操作する．

エキス含量　1.9 ～ 3.5 w/v%．本品 25 mL を，105 ℃ で 2.5 時間乾燥した海砂（1 号）10 g の入った質量既知の 200 mL のビーカーに正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で 2 時間乾燥し，デシケーター（シリカゲル）中で放冷し，質量を量る．

灰　分　0.13 ～ 0.40 w/v%．本品 50 mL を正確に量り，質量既知の磁製皿に入れ，水浴上で蒸発乾固し，更に恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量る．

定 量 法

（1） エタノール　本品を 15 ℃ において 100 mL のメスフラスコに正確に量り，300 ～ 500 mL のフラスコに移し，このメスフラスコを水 15 mL ずつで 2 回洗い，洗液をフラスコの試料に加え，フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し，受器にはそのメスフラスコを用い，蒸留する．留液約 80 mL（所要時間は 20 分前後）を得たとき，蒸留を止め，15 ℃ の水中に 30 分間放置した後，15 ℃ で水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜた後，比重及び密度測定法第 3 法〈*2.56*〉により，15 ℃ における比重を測定するとき，比重 d_{15}^{15} は 0.982 ～ 0.985 である．

（2） 酒石酸　本品 100 mL を正確に量り，酢酸（100）2 mL，酢酸カリウム溶液（1 → 5）0.5 mL 及び塩化カリウムの粉末 15 g を加え，激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後，エタノール（95）10 mL を加え，1 分間ビーカーの内壁を強くこすり，結晶を析出させ，0 ～ 5 ℃ に 15 時

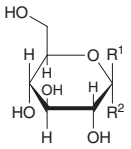
間以上放置する．結晶を吸引ろ取し，塩化カリウムの粉末 15 g を薄めたエタノール（1 → 6）120 mL に溶かした溶液 3 mL でビーカー及び結晶を順次洗う．この操作を 5 回繰り返し，結晶をろ紙と共に先のビーカーに移し，ろ過器を熱湯 50 mL で洗い，洗液をビーカーに合わせ，加熱して結晶を溶かし，直ちに 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）．滴定数（mL）に 0.75 を加えて 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）とする．

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 30.02 mg $C_4H_6O_6$

貯 法 容 器 気密容器．

ブドウ糖

Glucose



α-D-グルコピラノース：R^1=H, R^2=OH
β-D-グルコピラノース：R^1=OH, R^2=H

$C_6H_{12}O_6$：180.16

D-Glucopyranose ［*50-99-7*］

本品は，α-D-グルコピラノース，β-D-グルコピラノース又はその混合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，ブドウ糖［D-グルコピラノース（$C_6H_{12}O_6$）］99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は甘い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 溶状 本品 25 g を水 30 mL を入れたネスラー管に加え，60 ℃ の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，更に濃縮して 5 mL とする．冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（7） デキストリン 本品 1.0 g にエタノール（95）20 mL を加え，還流冷却器を付け，煮沸するとき，液は澄明である．

（8） 溶性でんぷん又は亜硫酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は黄色を呈する．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 10 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水に溶かし，正確に 100 mL とし，30 分間放置した後，旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_Dを測定する．

ブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg） ＝ α_D × 1895.4

貯 法 容 器 気密容器．

ブドウ糖注射液

Glucose Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$：180.16）を含む．

製 法 本品は「ブドウ糖」をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い．ただし，表示濃度が 40 % 以上のとき，色調は無色～微黄色澄明の液である．

確認試験 本品の表示量に従い「ブドウ糖」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加えるか，又は水浴上で濃縮して 2 mL とし，この液 2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉 3.5 ～ 6.5 ただし，表示濃度が 5 % を超えるときは，水を用いて 5 % 溶液を調製し，この液につき，試験を行う．

純度試験 5-ヒドロキシメチルフルフラール類 本品の表示量に従い「ブドウ糖」2.5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 284 nm における吸光度は 0.80 以下である．

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）約 4 g に対応する容量を正確に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，よく振り混ぜて 30 分間放置した後，

旋光度測定法〈2.49〉により 20±1 ℃，層長 100 mm で旋光度 α_D を測定する．

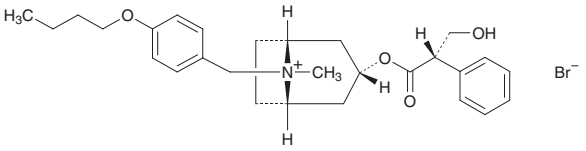
ブドウ糖（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）= α_D × 1895.4

貯　法　容　　器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ブトロピウム臭化物

Butropium Bromide

臭化ブトロピウム



$C_{28}H_{38}BrNO_4$：532.51

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-(4-Butoxybenzyl)-3-[(2*S*)-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide　[*29025-14-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブトロピウム臭化物（$C_{28}H_{38}BrNO_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物を *N*，*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　〔α〕$_D^{20}$：−14.0 ～ −17.0°（乾燥後，0.5 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をエタノール（95）40 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク面積は標準溶液のピーク面積の 1/4 より大きくない．また，試料溶液の最初に溶出するピーク，ブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク及びブトロピウム以外のピークの合計面積は，標準溶液のブトロピウムのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15 g をアセトニトリル/0.005 mol/L 硫酸混液（3：2）1000 mL に溶かす．

流量：ブトロピウムの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.50 g をとり，エタノール（99.5）9 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて溶かし，70 ℃ で 15 分間加熱する．冷後，この液 1 mL に移動相を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブトロピウムのピークとブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.7 のピークとの分離度が 2.5 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たブトロピウムのピーク高さが 10 ～ 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：ブトロピウムの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 100 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
　= 53.25 mg $C_{28}H_{38}BrNO_4$

貯　法

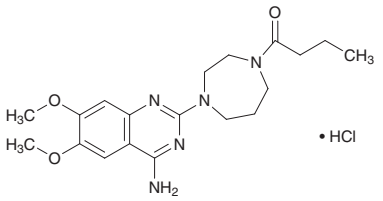
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブナゾシン塩酸塩

Bunazosin Hydrochloride

塩酸ブナゾシン



$C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl：409.91

4-Amino-2-(4-butanoyl-1,4-diazepan-1-yl)-6,7-dimethoxyquinazoline monohydrochloride ［*72712-76-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブナゾシン塩酸塩（$C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 273 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし，直火で加熱して 3 分間沸騰するとき，酪酸臭を発する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブナゾシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のブナゾシンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.44 g に水を加えて溶かし，酢酸（100）10 mL 及びアセトニトリル 500 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．

流量：ブナゾシンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液/塩酸プロカインの移動相溶液（1 → 20000）混液（1：1）20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，ブナゾシンの順に溶出し，その分離度が 3.0 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たブナゾシンのピーク高さがフルスケールの 20 ～ 60 % になるように調整する．

面積測定範囲：ブナゾシンの保持時間の約 6 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 6 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 20 分間加熱する．冷後，酢酸（100）20 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 40.99 mg $C_{19}H_{27}N_5O_3$・HCl

貯　法

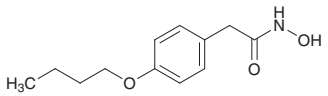
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ブフェキサマク

Bufexamac

ブフェキサマック



$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27

2-(4-Butyloxyphenyl)-*N*-hydroxy acetamide ［*2438-72-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 162 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）・メタノール試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g をエタノール（95）20 mL に溶

かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつをスポットする．次にクロロホルム/シクロヘキサン/メタノール/酢酸（100）混液（6：4：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液 1 mL
= 22.33 mg $C_{12}H_{17}NO_3$

貯 法 容 器 気密容器．

ブフェキサマククリーム

Bufexamac Cream

ブフェキサマク乳剤性軟膏

ブフェキサマッククリーム

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27）を含む．

製 法 本品は「ブフェキサマク」をとり，軟膏剤の製法により製する．

性 状 本品は白色である．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量をとり，テトラヒドロフラン 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次にペンタン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（7：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

定 量 法 本品のブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマクを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ブフェキサマクの秤取量（mg）

内標準溶液 ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし，メタノール 400 mL，アセトニトリル 400 mL 及び酢酸（100）8 mL を加える．

流量：ブフェキサマクの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブフェキサマク，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ブフェキサマク軟膏

Bufexamac Ointment

ブフェキサマック軟膏

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応する

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$：223.27）を含む．

製　法　本品は「ブフェキサマク」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験　本品の表示量に従い「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量をとり，テトラヒドロフラン 5 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール（99.5）5 mL を加えて振り混ぜ，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．薄層板は薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製し，0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後，110 ℃ で約 30 分間乾燥する．これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする．次にペンタン/酢酸エチル/酢酸（100）混液（7：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

定 量 法　本品のブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン 40 mL を加え，40 ℃ に加温し，振り混ぜて溶かし，冷後，更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，ろ過する．更に必要ならば孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ブフェキサマクを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ブフェキサマク（$C_{12}H_{17}NO_3$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ブフェキサマクの秤取量（mg）

内標準溶液　ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし，メタノール 400 mL，アセトニトリル 400 mL 及び酢酸（100）8 mL を加える．

流量：ブフェキサマクの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブフェキサマク，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

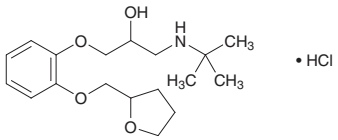
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ブフェトロール塩酸塩

Bufetolol Hydrochloride

塩酸ブフェトロール



$C_{18}H_{29}NO_4 \cdot HCl$：359.89

1-(1,1-Dimethylethyl)amino-3-[2-(tetrahydrofuran-2-ylmethoxy)phenoxy]propan-2-ol monohydrochloride

[*35108-88-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ブフェトロール塩酸塩（$C_{18}H_{29}NO_4 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　153 ～ 157 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（40：20：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

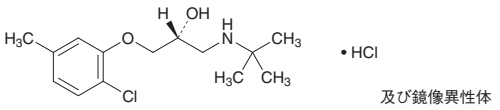
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.99 mg $C_{18}H_{29}NO_4$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

ブプラノロール塩酸塩

Bupranolol Hydrochloride

塩酸ブプラノロール



$C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl：308.24

(2*RS*)-3-(2-Chloro-5-methylphenoxy)-1-(1,1-dimethylethyl)aminopropan-2-ol monohydrochloride

［*15148-80-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブプラノロール塩酸塩（$C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 1000 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を試験管にとり，ヨウ化カリウム 25 mg 及びシュウ酸二水和物 25 mg を加えて混ぜ合わせ，2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノンモノイミンのエタノール（95）溶液（1 → 100）で潤したろ紙を試験管の口に当て数分間弱く加熱する．このろ紙をアンモニアガスに接触するとき青色を呈する．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 200）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\,\%}_{1\,\mathrm{cm}}$（275 nm）：57 ～ 60（乾燥後，50 mg，0.1 mol/L 塩酸試液，500 mL）．

融 点〈2.60〉 223 ～ 226 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 15 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 15 mL に溶かし，メチルレッド試液 1 滴を加えるとき，液は淡赤色を呈する．これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を加えるとき，液の色は黄色に変わる．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.10 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.168 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.30 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用ポリアミド（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/水混液（16：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

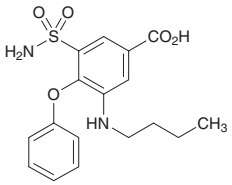
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.18 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（2：1）60 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.82 mg $C_{14}H_{22}ClNO_2$・HCl

貯 法 容 器 密閉容器．

ブメタニド

Bumetanide



$C_{17}H_{20}N_2O_5S$：364.42

3-Butylamino-4-phenoxy-5-sulfamoylbenzoic acid

［*28395-03-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブメタニド（$C_{17}H_{20}N_2O_5S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化カリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えて振り混ぜ，更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡青色を呈する．

（2）　本品 0.04 g を pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 100 mL に溶かす．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　232 ～ 237 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 50 mg に水酸化カリウム溶液（1 → 30）2 mL 及び水 8 mL を加えて溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液それぞれ 0.5 mL ずつを正確に量り，混和し，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g に硝酸カリウム 0.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.2 g を加えてよく混和した後，少量ずつ赤熱した白金るつぼに入れ，反応が終わるまで赤熱する．冷後，残留物に希硫酸 14 mL 及び水 6 mL を加え，5 分間煮沸した後，ろ過し，残留物は水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸（100）/シクロヘキサン/メタノール混液（32：4：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 36.44 mg $C_{17}H_{20}N_2O_5S$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

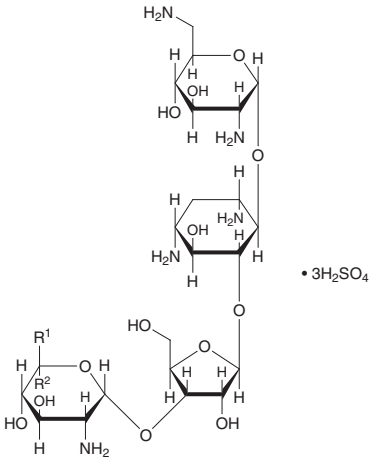
フラジオマイシン硫酸塩

Fradiomycin Sulfate

ネオマイシン硫酸塩

硫酸ネオマイシン

硫酸フラジオマイシン



フラジオマイシン B : R^1=H　R^2=CH_2NH_2

フラジオマイシン C : R^1=CH_2NH_2　R^2=H

$C_{23}H_{46}N_6O_{13}$・$3H_2SO_4$：908.88

フラジオマイシン B 硫酸塩

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-β-L-idopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate

[*119-04-0*，ネオマイシン B]

フラジオマイシン C 硫酸塩

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[2,6-diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→3)-β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine trisulfate

[*66-86-4*，ネオマイシン C]

[*1405-10-3*，ネオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，1 mg 当たり 623 ～ 740 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フラジオマイシン（$C_{23}H_{46}N_6O_{13}$：614.64）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びフラジオマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 1 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/ジクロロメタン混液（3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+53.5 ～ +59.0°（乾燥物に換算したもの 1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品　1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.63 g を水 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）/ジクロロメタン混液（3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，110 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た R_f 値 0.4 のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（0.2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる．

（ii）　種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地

ブドウ糖	1.0 g
ペプトン	6.0 g
肉エキス	1.5 g
酵母エキス	3.0 g
塩化ナトリウム	2.5 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 7.8 ～ 8.0 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii）　標準溶液　フラジオマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv）　試料溶液　本品を乾燥し，その約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L

リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 80 μg（力価）及び 20 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料液とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

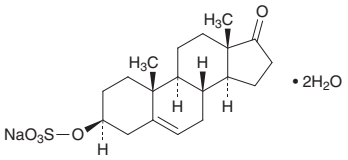
容　　器　気密容器．

プラステロン硫酸エステルナトリウム水和物

Sodium Prasterone Sulfate Hydrate

プラステロン硫酸エステルナトリウム

プラステロン硫酸ナトリウム



$C_{19}H_{27}NaO_5S \cdot 2H_2O$：426.50

Monosodium 17-oxoandrost-5-en-3β-yl sulfate dihydrate

［*1099-87-2*，無水物］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，プラステロン硫酸エステルナトリウム（$C_{19}H_{27}NaO_5S$：390.47）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けにくく，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

融点：約 160 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をエタノール（95）4 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 8）2 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈し，徐々に褐色に変わる．

（2）　本品の水溶液（1 → 200）10 mL に臭素試液 0.5 mL を加えるとき，試液の色は直ちに消える．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 200）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋10.7 ～ ＋12.1°（乾燥物に換算したもの 0.73 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.25 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g にアセトン 20 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 20 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.2 g に水 20 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液 10 mL をとり，アセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.032 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/水混液（75：22：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸/エタノール（95）混液（1：1）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 ～ 9.0 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

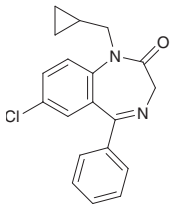
定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）5 mL を用いて調製した直径 10 mm のカラムに入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる．次に水 100 mL でカラムを洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

＝ 19.52 mg $C_{19}H_{27}NaO_5S$

貯　法　容　　器　気密容器．

プラゼパム
Prazepam



$C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80
7-Chloro-1-(cyclopropylmethyl)-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*2955-38-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，灰青色の蛍光を発する．

（2）　本品 0.01 g を硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）1000 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルのスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　145 ～ 148 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　（1）のろ液 20 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.40 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.48 mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

プラゼパム錠
Prazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$：324.80）を含む．

製　法　本品は「プラゼパム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.05 g に対応する量をとり，アセトン 25 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 5 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸 3 mL に溶かす．この液につき，「プラゼパム」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「プラゼパム」0.02 g に対応する量をとり，硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）200 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液 5 mL に硫酸のエタノール（99.5）溶液（3 → 1000）を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 241 ～ 245 nm，283 ～ 287 nm 及び 363 ～ 367 nm に吸収の極大を示し，263 ～ 267 nm 及び 334 ～ 338 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液は 0.1 mol/L 塩酸試液 900 mL を用い，回転バスケット法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）約 5 μg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に *V′* mL とし，試料溶液とする．別に定量用プラゼパムを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて振り混ぜ，必要ならば超音波処理して溶かし，さらに，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて

正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (90 / C)$

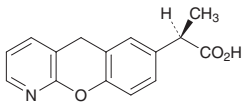
W_S：定量用プラゼパムの秤取量（mg）
C：1 錠中のプラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プラゼパム（$C_{19}H_{17}ClN_2O$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，アセトン 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液をとる．同様の操作をアセトン 30 mL ずつを用いて 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物を無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 6.496 mg $C_{19}H_{17}ClN_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

プラノプロフェン
Pranoprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}NO_3$：255.27
(2*RS*)-2-(10*H*-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)propanoic acid
[*52549-17-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プラノプロフェン（$C_{15}H_{13}NO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル，エタノール（95）又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 30）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.02 g を 1 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とする．この液 10 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 186 ～ 190 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g にメタノール 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラノプロフェン以外のピークの面積はそれぞれ標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

操作条件
- 検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）
- カラム：内径約 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
- カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
- 移動相：過塩素酸ナトリウム 7.02 g を水 1000 mL に溶かし，過塩素酸を用いて pH を 2.5 に調整する．この液 2 容量にアセトニトリル 1 容量を加える．
- 流量：プラノプロフェンの保持時間が約 10 分になるように調整する．
- カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg ずつを移動相 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラノプロフェン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度が 2.1 以上のものを用いる．
- 検出感度：標準溶液 10 μL から得たプラノプロフェンのピーク高さが 10 ～ 20 mm になるように調整する．
- 面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

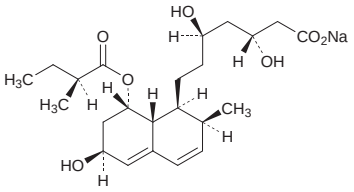
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 25.53 mg $C_{15}H_{13}NO_3$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

プラバスタチンナトリウム

Pravastatin Sodium



$C_{23}H_{35}NaO_7$：446.51

Monosodium (3*R*,5*R*)-3,5-dihydroxy-7-{(1*S*,2*S*,6*S*,8*S*,8a*R*)-6-hydroxy-2-methyl-8-[(2*S*)-2-methylbutanoyloxy]-1,2,6,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl}heptanoate

[*81131-70-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱溶媒物に対し，プラバスタチンナトリウム（$C_{23}H_{35}NaO_7$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5) にやや溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2970 cm^{-1}，2880 cm^{-1}，1727 cm^{-1} 及び 1578 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（3）本品 50 mg をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．別にプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品 24 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（99.5)/酢酸（100）混液（80：16：1）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得たスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（4）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋153 ～ ＋159°（脱水及び脱溶媒物に換算したもの 0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 7.2 ～ 8.2 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 0.10 g を水/メタノール混液（11：9）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 10 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のプラバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積より大きくない．試料溶液及び標準溶液は 15 ℃ 以下に保存する．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプラバスタチンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（11：9）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たプラバスタチンのピーク面積が，標準溶液のプラバスタチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：プラバスタチンナトリウム 5 mg を水/メタノール混液（11：9）50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラバスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3500 段以上，1.6 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プラバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（3）　残留溶媒　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，水/メタノール混液（11：9）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（11：9）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品（別途 0.5 g につき，容量滴定法，直接滴定により水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 30 mg を精密に量り，水/メタノール混液（11：9）に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水/メタノール混液（11：9）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プラバスタチンナトリウム（$C_{23}H_{35}NaO_7$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4 \times 1.0518$

W_S：脱水物に換算したプラバスタチン 1,1,3,3-テトラメチルブチルアンモニウム標準品の秤取量中のプラバスタチンの量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの水/メタノール混液（11：9）溶液（3 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：238 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/酢酸（100）/トリエチルアミン混液（550：450：1：1）

流量：プラバスタチンの保持時間が約 21 分になるように調整する．

システム適合性

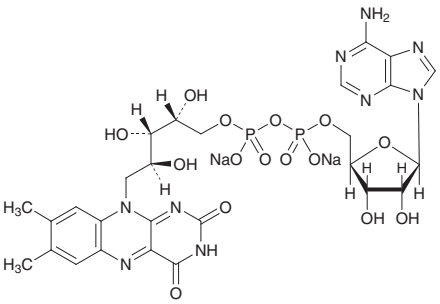
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，プラバスタチンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプラバスタチンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$：829.51

Disodium adenosine 5′-[(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl diphosphate]　[*84366-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$）93.0 % 以上を含む．

性　状　本品はだいだい黄色～淡黄褐色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エチレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.1 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて 5 分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（3）を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−21.0 ～ −25.5°（脱水物に換算したもの 0.3 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液はだいだい黄色澄明である．

（2）　遊離リン酸　本品約 20 mg を精密に量り，水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液 2 mL を正確に量り，水 10 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに薄めた過塩素酸（100 → 117）2 mL を加え，七モリブデン酸六アンモニウム試液 1 mL 及び塩酸 2,4-ジアミノフェノール試液 2 mL を加えて振り混ぜ，水を加えて正確に 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 730 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.25 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の量（%）

$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 5.16$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 0.10 g を移動相 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A 及びそれ以外のピークの合計面積 S を自動積分法により測定するとき，$S/(A+S)$ は 0.10 以下である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相，流量及び面積測定範囲は定量法（1）操作法（ii）の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

システム適合性

システムの性能は定量法（1）操作法（ii）のシステム

適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 20 μL から得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，試料溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）50 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約 0.1 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 10.0 % 以下である．

定 量 法

（1） 操作法

（i） 総フラビン量　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.1 g を水 200 mL に溶かす．この液 5 mL を正確に量り，塩化亜鉛試液 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 100）200 mL に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 450 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

総フラビン量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S) \times (4 / 5)$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

（ii） フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比

本品 0.1 g を水 200 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．各々のピーク面積を自動積分法により測定し，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A 及びそれ以外のピークの合計面積 S を求める．

フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比
$= 1.08A / (1.08A + S)$

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（1 → 500）/メタノール混液（4：1）

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間の約 4.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得たフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びリン酸リボフラビンナトリウム 20 mg ずつを水 100 mL に溶かす．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチド，リン酸リボフラビンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） 計算式

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム
（$C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$）の量（mg）
$= f_T \times f_R \times 2.2040$

f_T：操作法（i）より得られる本品中の総フラビン量（mg）

f_R：操作法（ii）より得られる本品中のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積比

貯　法

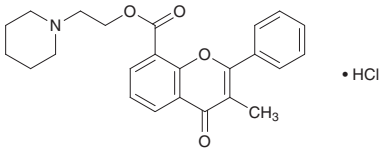
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フラボキサート塩酸塩

Flavoxate Hydrochloride

塩酸フラボキサート



$C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$：427.92

2-(Piperidin-1-yl)ethyl 3-methyl-4-oxo-2-phenyl-4*H*-chromene-8-carboxylate monohydrochloride ［*3717-88-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フラボキサート塩酸塩（$C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 80 mg をとり，クロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

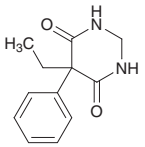
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL 及びアセトニトリル 40 mL を加えて溶かした後，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 42.79 mg $C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プリミドン

Primidone



$C_{12}H_{14}N_2O_2$：218.25

5-Ethyl-5-phenyl-2,3-dihydropyrimidine-4,6(1*H*,5*H*)-dione

［*125-33-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プリミドン（$C_{12}H_{14}N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく，ピリジンにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を薄めた硫酸（1 → 2）5 mL と加熱するとき，ホルムアルデヒド臭を発する．

（2） 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.2 g を混ぜ，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

融 点〈2.60〉 279 ～ 284 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 本品 0.10 g をピリジン 2 mL に溶かし，内標準溶液 2 mL を正確に加え，更にビストリメチルシリルアセトアミド 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，100 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，ピリジンを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に 2-エチル-2-フェニルマロンジアミド 50 mg をピリジンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，以下本品と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い．内標準物質のピーク面積に対する 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，Q_T は Q_S より大きくない．

内標準溶液 ステアリルアルコールのピリジン溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 150 cm のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル-メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したもの

を充てんする．

カラム温度：195 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：ステアリルアルコールの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-エチル-2-フェニルマロンジアミド，内標準物質の順に流出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 2-エチル-2-フェニルマロンジアミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びプリミドン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれに 20 mL のエタノール（95）を加え，加温して溶かす．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 257 nm 付近の吸収極大波長における吸光度 A_1 並びに波長 254 nm 及び 261 nm 付近の吸収極小波長における吸光度 A_2 及び A_3 を測定する．

プリミドン（$C_{12}H_{14}N_2O_2$）の量（mg）

$= W_S \times \{(2A_1 - A_2 - A_3)_T / (2A_1 - A_2 - A_3)_S\}$

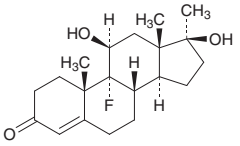
W_S：プリミドン標準品の秤取量（mg）

ただし，$(2A_1 - A_2 - A_3)_T$ は試料溶液についての，$(2A_1 - A_2 - A_3)_S$ は標準溶液についての値である．

貯 法 容 器 気密容器．

フルオキシメステロン

Fluoxymesterone



$C_{20}H_{29}FO_3$：336.44

9-Fluoro-11β,17β-dihydroxy-17-methylandrost-4-en-3-one

［*76-43-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオキシメステロン（$C_{20}H_{29}FO_3$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオキシメステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオキシメステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオキシメステロン標準品をそれぞれエタノール（99.5）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+104 ～ +112°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.03 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエン/エタノール（95）/酢酸エチル混液（3：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品及びフルオキシメステロン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオキシメステロン（$C_{20}H_{29}FO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオキシメステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 メチルプレドニゾロンのクロロホルム/メタノール混液（19：1）溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：塩化 *n*-ブチル/水飽和塩化 *n*-ブチル/テトラヒドロフラン/メタノール/酢酸（100）混液（95：95：14：7：6）

流量：フルオキシメステロンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオキシメステロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオキシメステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

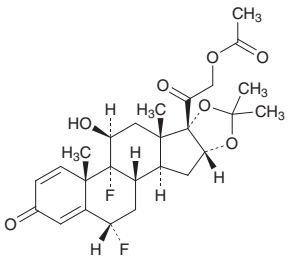
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

フルオシノニド

Fluocinonide



$C_{26}H_{32}F_2O_7$：494.52

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate ［*356-12-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノニド（$C_{26}H_{32}F_2O_7$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリル，メタノール，エタノール（95）又は酢酸エチルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に水 4 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオシノニド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+81 ～ +89°（乾燥後，0.2 g，クロロホルム，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をクロロホルム 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（97：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びフルオシノニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 8 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオシノニド（$C_{26}H_{32}F_2O_7$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオシノニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液（1 → 100）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：フルオシノニドの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオシノニド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

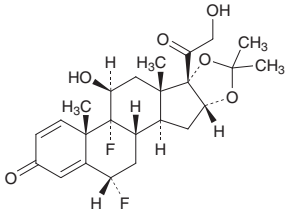
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

フルオシノロンアセトニド

Fluocinolone Acetonide



$C_{24}H_{30}F_2O_6$：452.49

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α,17-(1-methylethylidenedioxy)pregna-1,4-diene-3,20-dione

[*67-73-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオシノロンアセトニド（$C_{24}H_{30}F_2O_6$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はアセトンに溶けやすく，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にやや溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：266 ～ 274 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオシノロンアセトニド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びフルオシノロンアセトニド標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+98 ～ +108°（乾燥後，0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験 類縁物質 本品 15 mg を移動相 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルオシノロンアセトニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水飽和クロロホルム/メタノール/酢酸（100）混液（200：3：2）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 12 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルオシノロンアセトニドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たフルオシノロンアセトニドのピーク面積が，標準溶液のフルオシノロンアセトニドのピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びトリアムシノロンアセトニド 15 mg ずつを移動相 25 mL に溶かす．この液 5 mL に移動相を加えて 20 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トリアムシノロンアセトニド，フルオシノロンアセトニドの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルオシノロンアセトニドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.2 g，減圧，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品及びフルオシノロンアセトニド標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 40 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオシノロンアセトニド（$C_{24}H_{30}F_2O_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオシノロンアセトニド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液（1 → 2500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（7：3）

流量：フルオシノロンアセトニドの保持時間が約 20 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル 5 mg ずつをアセトニトリル 50 mL に溶かし，更に水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 1.9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフルオシノロンアセトニドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

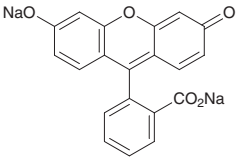
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルオレセインナトリウム

Fluorescein Sodium



$C_{20}H_{10}Na_2O_5$：376.27

Disodium 2-(6-oxido-3-oxo-3*H*-xanthen-9-yl)benzoate

［*518-47-8*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，フルオレセインナトリウム（$C_{20}H_{10}Na_2O_5$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品はだいだい色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100）は緑色の強い蛍光を発し，この蛍光は多量の水を加えても消えないが，塩酸を加えて酸性にするとき消え，次に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，蛍光は再び現れる．

（2）　本品の水溶液（1 → 2000）1 滴をろ紙片に滴下するとき，黄色のはん点を生じる．このろ紙片を湿ったまま臭素蒸気中に 1 分間放置し，次にアンモニアガスに接触するとき，はん点は赤色を呈する．

（3）　本品 0.5 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.15 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 30 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.355 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.20 g を水 30 mL に溶かし，希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 40 mL とし，ろ過する．ろ液 20 mL に水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.480 % 以下）．

（4）　亜鉛　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 2 mL を加えてろ過する．ろ液にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は直ちに混濁を生じない．

（5）　類縁物質　本品 0.20 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）（30：15：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾するとき，主スポット以外の着色スポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　10.0 % 以下（1 g，105 ℃，恒量）．

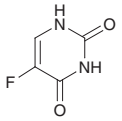
定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，分液漏斗に入れ，水 20 mL に溶かし，希塩酸 5 mL を加え，2-メチル-1-プロパノール/クロロホルム混液（1：1）20 mL ずつで 4 回抽出する．各抽出液は毎回同じ水 10 mL で洗う．全抽出液を合わせ，水浴上で空気を送りながら，2-メチル-1-プロパノール及びクロロホルムを蒸発し，残留物をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固し，105 ℃で 1 時間乾燥し，質量を量り，フルオレセイン（$C_{20}H_{12}O_5$：332.31）の量とする．

フルオレセインナトリウム（$C_{20}H_{10}Na_2O_5$）の量（mg）
　＝ フルオレセイン（$C_{20}H_{12}O_5$）の量（mg）× 1.1323

貯　法　容　　器　気密容器．

フルオロウラシル

Fluorouracil



$C_4H_3FN_2O_2$：130.08

5-Fluorouracil ［*51-21-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロウラシル（$C_4H_3FN_2O_2$）98.5 % 以上を含み，また，フッ素（F：19.00）13.1 ～ 16.1 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，水に

やや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 282 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき，試液の色は消える．更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.012 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，750 ～ 850 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アセトン/水混液（7：4：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） フルオロウラシル　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 20 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

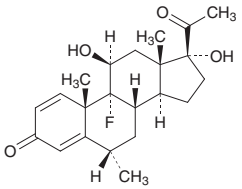
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 13.01 mg $C_4H_3FN_2O_2$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯 法 容 器　気密容器．

フルオロメトロン

Fluorometholone



$C_{22}H_{29}FO_4$：376.46

9-Fluoro-11β,17-dihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione ［*426-13-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルオロメトロン（$C_{22}H_{29}FO_4$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はテトラヒドロフランに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 7 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルオロメトロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルオロメトロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+52 ～ +60°（乾燥後，0.1 g，ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg をテトラヒドロフラン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，テトラヒドロフランを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/アセトン/メタノール混液（45：5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.2 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品及びフルオロメトロン標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めたメタノール（7 → 10）を加え，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，薄めたメタノール（7 → 10）を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルオロメトロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルオロメトロン（$C_{22}H_{29}FO_4$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：フルオロメトロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 10000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール（7 → 10）

流量：フルオロメトロンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルオロメトロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

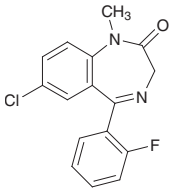
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

フルジアゼパム

Fludiazepam



$C_{16}H_{12}ClFN_2O$：302.73

7-Chloro-5-(2-fluorophenyl)-1-methyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*3900-31-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルジアゼパム（$C_{16}H_{12}ClFN_2O$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 91 ～ 94 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 50 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操

作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/酢酸エチル混液（10：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

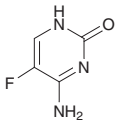
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 30.28 mg $C_{16}H_{12}ClFN_2O$

貯 法 容 器　気密容器．

フルシトシン

Flucytosine



$C_4H_4FN_3O$：129.09

5-Fluorocytosine ［2022-85-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルシトシン（$C_4H_4FN_3O$）98.5 % 以上を含み，また，フッ素（F：19.00）14.0 ～ 15.5 % を含む．

性 状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95），無水酢酸又は酢酸（100）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

本品はやや吸湿性である．

融点：約 295 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 500）5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき，試液の黄褐色は直ちに消える．更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき，紫色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 80 mL を加え，水浴上で加熱して溶かす．冷後，この液 40 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL に溶かす．この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 4.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質　本品 50 mg を薄めたメタノール（1 → 2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/水混液（5：3：2）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） フルシトシン　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL を加え，更に無水酢酸 100 mL

を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 12.91 mg $C_4H_4FN_3O$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯　法

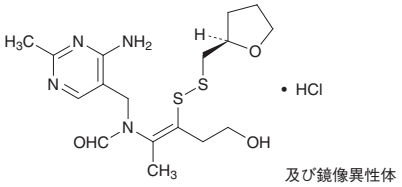
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルスルチアミン塩酸塩

Fursultiamine Hydrochloride

塩酸フルスルチアミン



$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl：435.00

N−(4−Amino−2−methylpyrimidin−5−ylmethyl)−*N*−{(1*Z*)−4−hydroxy−1−methyl−2−[(2*RS*)−tetrahydrofuran−2−ylmethyldisulfanyl]but−1−en−1−yl}formamide monohydrochloride ［*804−30−8*，フルスルチアミン］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フルスルチアミン塩酸塩（$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 6 mL に溶かし，亜鉛粉末 0.1 g を加え，数分間放置した後，ろ過する．ろ液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液 0.5 mL を加え，次に 2−メチル−1−プロパノール 5 mL を加え，2 分間激しく振り混ぜて放置し，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，2−メチル−1−プロパノール層は青紫色の蛍光を発する．この蛍光は酸性にすると消え，アルカリ性に戻すと再び現れる．

（2） 本品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥したフルスルチアミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かした後，水を蒸発し，残留物をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 24 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉　本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルスルチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフルスルチアミンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たフルスルチアミンのピーク高さが 20 ～ 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：フルスルチアミンの保持時間の約 3 倍の範囲

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びフルスルチアミン塩酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 55 mg ずつを精密に量り，それぞれを水 50 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，水を加えて 100 mL とする．この液 8 mL ずつに水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フルスルチアミン塩酸塩（$C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したフルスルチアミン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　4−アミノ安息香酸イソプロピルのエタノール（95）溶液（3 → 400）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.01 g を薄めた酢酸（100）（1 → 100）1000 mL に溶かす．こ

の液 675 mL にメタノール/アセトニトリル混液（3：2）325 mL を加える．

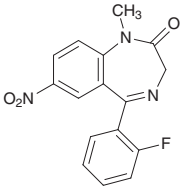
流量：フルスルチアミンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，フルスルチアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる．

貯　法　容　　器　気密容器．

フルニトラゼパム

Flunitrazepam



$C_{16}H_{12}FN_3O_3$：313.28

5-(2-Fluorophenyl)-1-methyl-7-nitro-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one　［*1622-62-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルニトラゼパム（$C_{16}H_{12}FN_3O_3$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　168 ～ 172 ℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.022 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を白金るつぼにとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/ジエチルエーテル/アンモニア水（28）混液（200：100：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，2 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 31.33 mg $C_{16}H_{12}FN_3O_3$

貯　法

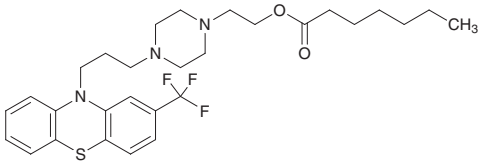
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フルフェナジンエナント酸エステル

Fluphenazine Enanthate

エナント酸フルフェナジン



$C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$：549.69

2-(4-{3-[2-(Trifluoromethyl)-10*H*-phenothiazin-10-yl]propyl}piperazin-1-yl)ethyl heptanoate　［*2746-81-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルフェナジンエナント酸エステル（$C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～帯黄だいだい色の粘稠な液で，通例，澄明であるが，結晶を生じて不透明となることがある．

本品はメタノール又はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 2 mg を塩酸のメタノール溶液（17 → 2000）200 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のとこ

ろに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/ヘキサン/アンモニア水（28）混液（16：6：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板に薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.49 mg $C_{29}H_{38}F_3N_3O_2S$

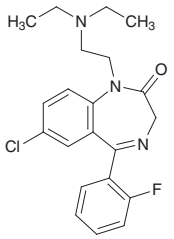
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

フルラゼパム

Flurazepam



$C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*17617-23-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95），無水酢酸又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する．

（2） 本品 0.01 g をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かし，水浴中で 4 分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する．

（3） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（4） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 79 ～ 83 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（95）10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 46 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取し，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸を加えて中和した後，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 （2）のろ液 20 mL をとり，希塩酸を加えて中和した後，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.048 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア水（28）混液（60：40：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポッ

トより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.20 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で第二当量点まで滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.39 mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

フルラゼパムカプセル

Flurazepam Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するフルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$：387.88）を含む．

製 法 本品は「フルラゼパム」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の内容物を取り出し，粉末とする．表示量に従い「フルラゼパム」0.1 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液 40 mL をとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）80 mL 及びヘキサン 100 mL を加え，よく振り混ぜて抽出し，ヘキサン層をとり，試料溶液とする．試料溶液 25 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸 3 mL に溶かし，この液に紫外線を照射するとき，帯緑黄色の蛍光を発する．

（2） （1）の試料溶液 25 mL をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし，水浴中で 4 分間加熱するとき，液は暗赤色を呈する．

（3） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 315 ～ 319 nm に吸収の極大を示し，297 ～ 301 nm に吸収の極小を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，カプセルを切り開き，内容物を注意して取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 30 mL を加え，10 分間よくかき混ぜた後，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フルラゼパムを 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 6 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 317 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フルラゼパム（$C_{21}H_{23}ClFN_3O$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

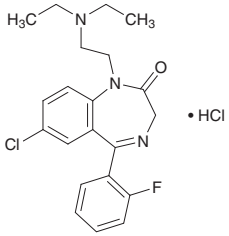
W_S：定量用フルラゼパムの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

フルラゼパム塩酸塩

Flurazepam Hydrochloride

塩酸フルラゼパム



$C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$：424.34

7-Chloro-1-[2-(diethylamino)ethyl]-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one monohydrochloride ［*36105-20-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，フルラゼパム塩酸塩（$C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，エタノール（95），エタノール（99.5）又は酢酸（100）に溶けやすい．

融点：約 197 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の硫酸・エタノール試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エ

タノール（95）を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄層板をアンモニア蒸気を満たした容器に入れ，約 15 分間放置し，直ちにジエチルエーテル/ジエチルアミン混液（39：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 3 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

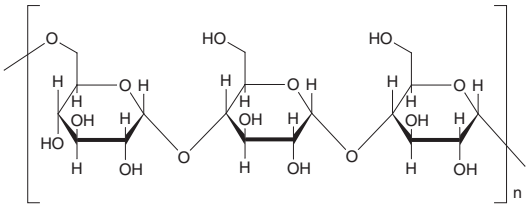
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 21.22 mg $C_{21}H_{23}ClFN_3O \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プルラン

Pullulan



$(C_{18}H_{30}O_{15})_n$

Poly[6)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-α-D-glucopyranosyl-(1→]

[*9057-02-7*]

本品は *Aureobasidum pullulans* を培養するとき，菌体外に生産される中性単純多糖で，その構造は α-1,4 結合による 3 個のグルコースよりなるマルトトリオースが α-1,6 結合で繰り返し鎖状に結合したものである．

性 状 本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 10 g を水 100 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき，粘稠な溶液となる．

（2） （1）の粘稠な溶液 10 mL にプルラナーゼ試液 0.1 mL を加えて混和し，放置するとき，粘性がなくなる．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）10 mL にマクロゴール 6002 mL を加えるとき，直ちに白色の沈殿を生じる．

粘 度〈2.53〉 本品を乾燥し，その 10.0 g を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 g とし，30±0.1 ℃ で第 1 法により試験を行うとき，動粘度は 100 ～ 180 mm^2/s である．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 4.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（2） 窒素 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は，0.05 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 12 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 40 mL とする．

（3） 単糖類及び少糖類 本品を乾燥し，その 0.8 g を水 100 mL に溶かし，試料原液とする．試料原液 1 mL に塩化カリウム飽和溶液 0.1 mL を加えた後，メタノール 3 mL を加えて激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．試料原液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水 0.2 mL ずつを正確に量り，氷水中で冷却したアントロンの薄めた硫酸（3 → 4）溶液（1 → 500）5 mL に静かに加えて直ちに混和し，90 ℃ で 10 分間加温した後，直ちに冷却する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液及び水から得られたそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_B を測定するとき，単糖類及び少糖類の量は 10.0 % 以下である．

単糖類及び少糖類の量（%）
$= \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 8.2$

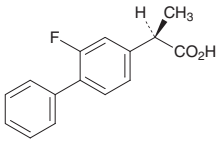
乾燥減量〈2.41〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，90 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（2 g）．

貯 法 容 器 密閉容器．

フルルビプロフェン

Flurbiprofen



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{13}FO_2$：244.26

(2*RS*)-2-(2-Fluorobiphenyl-4-yl)propanoic acid

[*5104-49-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フルルビプロフェン（$C_{15}H_{13}FO_2$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに刺激性のにおいがある．

本品はメタノール，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のエタノール（95）溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 114 ～ 117 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 0.6 g をアセトン 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.015 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3）類縁物質 本品 20 mg を水/アセトニトリル混液（11：9）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のフルルビプロフェン以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積より大きくない．また，それらのピークの合計面積は標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（12：7：1）

流量：フルルビプロフェンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルルビプロフェンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて正確に 25 mL とする．この液 20 μL から得たフルルビプロフェンのピーク面積が，標準溶液のフルルビプロフェンのピーク面積の 16 ～ 24 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.04 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g を水/アセトニトリル混液（11：9）100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，水/アセトニトリル混液（11：9）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，フルルビプロフェンの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルルビプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.10 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

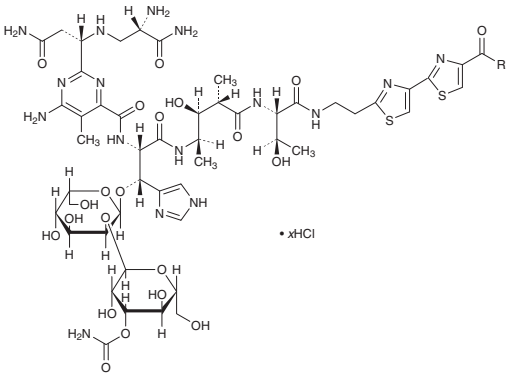
0.1 mol/L水酸化ナトリウム液 1mL ＝ 24.43 mg $C_{15}H_{13}FO_2$

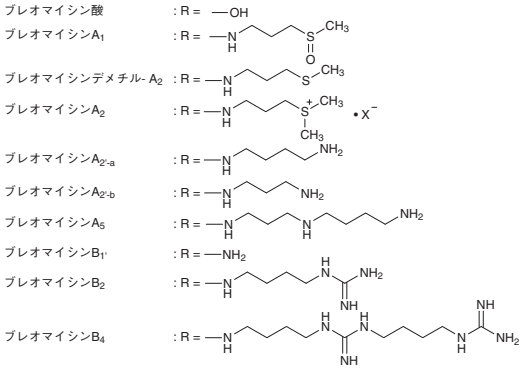
貯 法 容 器 密閉容器．

ブレオマイシン塩酸塩

Bleomycin Hydrochloride

塩酸ブレオマイシン





ブレオマイシン酸

1-Bleomycinoic acid hydrochloride

ブレオマイシン A_1

N^1-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシンデメチル-A_2

N^1-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン A_2

N^1-[3-(Dimethylsulfonio)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $A_{2'-a}$

N^1-(4-Aminobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $A_{2'-b}$

N^1-(3-Aminopropyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン A_5

N^1-[3-(4-Aminobutylamino)propyl]bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン $B_{1'}$

Bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン B_2

N^1-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide hydrochloride

ブレオマイシン B_4

N^1-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide hydrochloride

[*11056-06-7*，ブレオマイシン]

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 2000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシン A_2（$C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg をとり，硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

成分含量比　本品 10 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシン A_2（最初の主ピーク成分）は 55 ～ 70 %，ブレオマイシン B_2（2 番目の主ピーク成分）は 25 ～ 32 %，ブレオマイシン A_2 とブレオマイシン B_2 の和は 85 % 以上，デメチルブレオマイシン A_2（ブレオマイシン A_2 に対する相対保持時間が 1.5 ～ 2.5）は 5.5 % 以下，その他のピークの合計は 9.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL 及び酢酸（100）5 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分約 1.2 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシン A_2 溶出後 20 分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシン A_2，ブレオマイシン B_2 の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブレオマイシン A_2 のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に銅標準液 15 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（60 mg，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii） 試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iv） 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製　7．円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

（vi） 標準溶液　ブレオマイシン A_2 塩酸塩標準品適量をとり，減圧下（0.67 kPa 以下），常温で 3 時間乾燥し，その約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

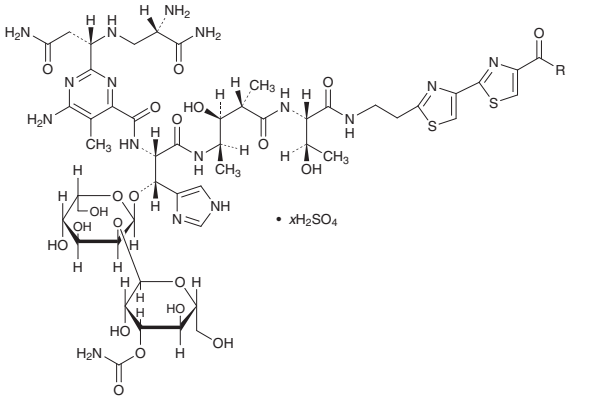
（vii） 試料溶液　本品約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

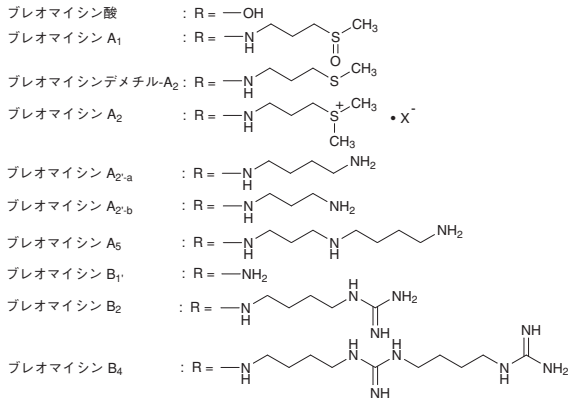
貯 法 容 器　気密容器．

ブレオマイシン硫酸塩

Bleomycin Sulfate

硫酸ブレオマイシン





ブレオマイシン酸

1-Bleomycinoic acid sulfate

ブレオマイシン A_1

N^1-[3-(Methylsulfinyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシンデメチル-A_2

N^1-[3-(Methylsulfanyl)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン A_2

N^1-[3-(Dimethylsulfonium)propyl]bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $A_{2'-a}$

N^1-(4-Aminobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $A_{2'-b}$

N^1-(3-Aminopropyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン A_5

N^1-{3-[(4-Aminobutyl)amino]propyl}bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン $B_{1'}$

Bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン B_2

N^1-(4-Guanidinobutyl)bleomycinamide sulfate

ブレオマイシン B_4

N^1-{4-[3-(4-Guanidinobutyl)guanidino]butyl}-bleomycinamide sulfate

[*9041-93-4*，ブレオマイシン硫酸塩]

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1400 ～ 2000 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ブレオマイシン A_2（$C_{55}H_{84}ClN_{17}O_{21}S_3$：1451.00）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg をとり，硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水を加えて溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液(1 → 200)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 10 mg を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

成分含量比　本品 10 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ブレオマイシン A_2（最初の主ピーク成分）は 55 ～ 70 %，ブレオマイシン B_2（2 番目の主ピーク成分）は 25 ～ 32 %，ブレオマイシン A_2 とブレオマイシン B_2 の和は 85 % 以上，デメチルブレオマイシン A_2（ブレオマイシン A_2 に対する相対保持時間が 1.5 ～ 2.5）は 5.5 % 以下，その他のピークの量の合計は 9.5 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL 及び酢酸(100) 5 mL に溶かし，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分 1.2 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメチルブレオマイシン A_2 溶出後 20 分の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブレオマイシン A_2，ブレオマイシン B_2 の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブレオマイシン A_2 のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

純度試験

（1） 溶状　本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅　本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）10 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に銅標準液 15 mL を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

乾燥減量〈2.41〉 3.0 % 以下（60 mg，減圧，五酸化リン（V），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地，基層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
カンテン	15.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH〈2.54〉は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iii）試験菌浮遊用液状培地

グリセリン	10.0 g
ペプトン	10.0 g
肉エキス	10.0 g
塩化ナトリウム	3.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し，滅菌する．滅菌後の pH〈2.54〉は 6.9 ～ 7.1 とする．pH は水酸化ナトリウム試液を加えて調整する．

（iv） 種層カンテン培地の調製　試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地に 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製　7．円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，また，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

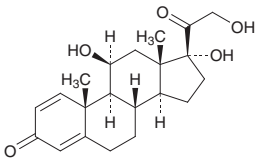
（vi） 標準溶液　ブレオマイシン A_2 塩酸塩標準品適量をとり，減圧下（0.67 kPa 以下），常温で 3 時間乾燥し，その約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（vii） 試料溶液　本品約 15 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μg（力価）及び 15 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器　気密容器．

プレドニゾロン

Prednisolone



$C_{21}H_{28}O_5$：360.44

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione

[*50-24-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，酢酸エチル又はクロロホルムに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して，水 10 mL を加えるとき，液は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数の

ところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン標準品をそれぞれ酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋113 ～ ＋119°（乾燥後，0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） セレン　本品 0.10 g に過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 2 mL を加え，水浴上で加熱する．褐色ガスの発生がなくなり，反応液が淡黄色澄明になった後，放冷する．冷後，この液に硝酸 4 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にセレン標準液 3 mL を正確に量り，過塩素酸/硫酸混液（1：1）0.5 mL 及び硝酸 6 mL を加えた後，更に水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，それぞれ A_T 及び A_S とするとき，A_T は A_S より小さい（30 ppm 以下）．

ただし，本試験は水素化物発生装置及び加熱吸収セルを用いて行う．

ランプ：セレン中空陰極ランプ

波長：196.0 nm

原子化温度：電気加熱炉を用いる場合，約 1000 ℃ とする．

キャリヤーガス：窒素又はアルゴン

（2） 類縁物質　本品 20 mg にメタノール/クロロホルム混液（1：1）2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒドロコルチゾン 20 mg 及び酢酸プレドニゾロン 10 mg をとり，それぞれをメタノール/クロロホルム混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/トルエン/ジエチルアミン混液（55：45：2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する（ただし，展開槽にろ紙を入れない）．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，ヒドロコルチゾン及び酢酸プレドニゾロン以外のスポットを認めない．

乾燥減量 〈2.41〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 50 mL に溶かし，内標準溶液 25 mL ずつを正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 1 mL ずつを量り，それぞれに移動相を加えて 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：247 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用フルオロシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（13：7）

流量：プレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 25 mg 及びヒドロコルチゾン 25 mg をメタノール 100 mL に溶かす．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヒドロコルチゾン，プレドニゾロンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

プレドニゾロン錠

Prednisolone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$：360.44）を含む．

製 法　本品は「プレドニゾロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プレドニゾロン」0.05 g に対応する量をとり，クロロホルム 10 mL を加えて 15 分間振り混ぜてろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥し，このものにつき，「プレドニゾロン」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）の残留物及びプレドニゾロン標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定し，両者のスペクトルを比較するとき，同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，それぞれを酢酸エチルに溶かした後，酢酸エチルを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

製剤均一性 〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 10 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール 50 mL を加え，30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離

する．上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 10 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に V mL とし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 10 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 10) \times (1 / x)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 70 % 以上である．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (45 / C)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，水 1 mL を加えて穏やかに振り混ぜる，更に内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタノール 15 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜる．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプレドニゾロン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，内標準溶液 25 mL を正確に加え，メタノールを加えて 100 mL とする．この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とし，標準溶液とする．以下「プレドニゾロン」の定量法を準用する．

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：プレドニゾロン標準品の秤取量（mg）

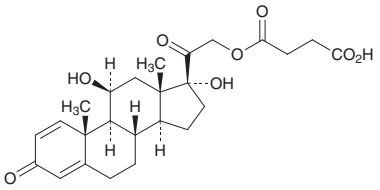
内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（1 → 2000）

貯 法 容 器　気密容器．

プレドニゾロンコハク酸エステル

Prednisolone Succinate

コハク酸プレドニゾロン



$C_{25}H_{32}O_8$：460.52

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate)　[2920-86-7]

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{25}H_{32}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の微細な結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+114 ～ +120°（乾燥後，67 mg，メタノール，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.10 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン 30 mg をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/エタノール（95）混液（2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，6 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 5

mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

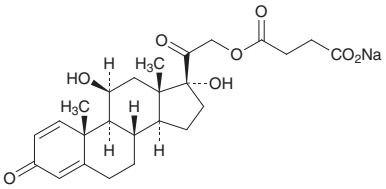
プレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{25}H_{32}O_8$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

注射用プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Succinate for Injection
注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム



$C_{25}H_{31}NaO_8$：482.50
Monosodium 11β,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-succinate ［*1715-33-9*］

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{31}NaO_8$）72.4 ～ 83.2 % を含み，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$：360.44）を含む．

本品はプレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量で表示する．

製　法　本品は「プレドニゾロンコハク酸エステル」をとり，「乾燥炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加え，注射剤の製法により製する．

ただし，適当な緩衝剤を加える．

性　状　本品は白色の粉末又は多孔質の軽い塊である．

本品は水に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2 ～ 3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，だいだい色～赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし，10 分間放置する．析出した沈殿をろ過し，ろ液に希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，薄めたアンモニア試液（1 → 10）を加えて pH 約 6 に調整し，塩化鉄（Ⅲ）試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 7.2 である．

純度試験　溶状　本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（0.15 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

定 量 法　本品につき，プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）約 0.1 g に対応する個数をとり，それぞれの内容物を薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，100 mL のメスフラスコに移す．各々の容器は，薄めたメタノール（1 → 2）で洗い，洗液は先の液に合わせ，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V），60 ℃）で 6 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロンコハク酸エステルナトリウム（$C_{25}H_{31}NaO_8$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.0477$

プレドニゾロン（$C_{21}H_{28}O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 0.7827$

W_S：プレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール（1 → 2）溶液（1 → 25000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 0.32 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及びリン酸二水素カリウム 6.94 g を水 1000 mL に溶かす．この液 840 mL にメタノール 1160 mL を加える．

流量：プレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約 15 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上であ

る．

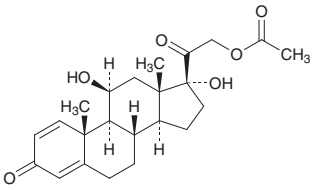
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

プレドニゾロン酢酸エステル

Prednisolone Acetate

酢酸プレドニゾロン



$C_{23}H_{30}O_6$：402.48

11β,17,21-Trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-acetate　［*52-21-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プレドニゾロン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）96.0～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，2～3 分の後，液は濃赤色を呈し，蛍光を発しない．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプレドニゾロン酢酸エステル標準品のスペクトルを 4000 ～ 650 cm^{-1} の範囲で比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品をそれぞれエタノール（99.5）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋128 ～ ＋137 °（乾燥後，70 mg，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 0.20 g にクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にプレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン 20 mg ずつをとり，クロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．また，試料溶液には，主スポット，プレドニゾロン，酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びプレドニゾロン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 60 mL に溶かし，次に内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．

プレドニゾロン酢酸エステル（$C_{23}H_{30}O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：プレドニゾロン酢酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（3 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：プレドニゾロン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，プレドニゾロン酢酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

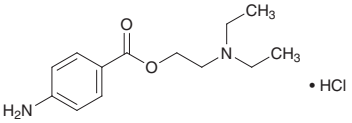
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するプレドニゾロン酢酸エステルのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロカイン塩酸塩

Procaine Hydrochloride

塩酸プロカイン



$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77

2-(Diethylamino)ethyl 4-aminobenzoate monohydrochloride

［*51-05-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉　155 ～ 158 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 1.0 g をとり，エタノール（95）5 mL を加えてよく振り混ぜて溶かし，更に水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 4-アミノ安息香酸 10 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）4 mL 及び水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジブチルエーテル/ヘキサン/酢酸（100）混液（20：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 105 ℃ で 10 分間加熱する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．ただし，試料溶液の主スポットは原点に留まる．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，塩酸 5 mL 及び水 60 mL を加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
　= 27.28 mg $C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl

貯 法 容 器　密閉容器．

プロカイン塩酸塩注射液

Procaine Hydrochloride Injection

塩酸プロカイン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl：272.77）を含む．

製　法　本品は「プロカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「プロカイン塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 1000 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 223 nm 及び 289 ～ 293 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　3.3 ～ 6.0

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のプロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）約 20 mg に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロカインをデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

プロカイン塩酸塩（$C_{13}H_{20}N_2O_2$・HCl）の量（mg）
　= $W_S \times (Q_T / Q_S) \times (2 / 5)$

W_S：定量用塩酸プロカインの秤取量（mg）

内標準溶液　カフェインの移動相溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．1-ペンタンスルホン酸ナトリウムが 0.1 %になるようにこの液を加えた溶液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

流量：プロカインの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

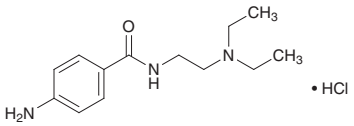
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するプロカインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 %以下である．

貯　法　容　　器　密封容器．

プロカインアミド塩酸塩

Procainamide Hydrochloride

塩酸プロカインアミド



$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79

4-Amino-*N*-(2-diethylaminoethyl)benzamide monohydrochloride ［*614-39-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 1 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（1：1）10 mL ずつで 2 回抽出する．抽出液を合わせ，乾燥用塩化カルシウムを加え，30 分間乾燥し，小フラスコに傾斜し，ピリジン 5 mL を加え，更に塩化ベンゾイル 1 mL を徐々に滴加し，水浴上で 30 分間加熱した後，クロロホルム/ジエチルエーテル混液（1：1）20 mL を加えて振り混ぜ，水酸化ナトリウム試液 100 mL 中に注加し，振り混ぜる．有機溶媒層を分取し，水 20 mL で洗い，10 ℃ に冷却し，結晶を析出させる．結晶をろ取し，希エタノール 10 mL から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 180 ～ 187 ℃ である．

（2） 本品 0.01 g を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

融　点〈*2.60*〉 165 ～ 169 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．更に各スポット上にアンモニア水（28）のメタノール溶液（11 → 50）10 μL ずつをスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（700：300：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

プロカインアミド塩酸塩錠

Procainamide Hydrochloride Tablets

塩酸プロカインアミド錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79）を含む．

製　法　本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1.5 g に対応する量をとり，水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液 20 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，以下「プロカインアミド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の試料溶液 0.2 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法

により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 7 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロカインアミドを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.125 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 4.5$

W_S：定量用塩酸プロカインアミドの秤取量（mg）

C：1 錠中のプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加えてよくかき混ぜた後，遠心分離して上澄液をとる．残留物に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えてかき混ぜ，再び遠心分離して上澄液をとる．更に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返し，全上澄液を合わせ，臭化カリウム溶液（3 → 10）10 mL を加え，15 ℃ 以下に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

プロカインアミド塩酸塩注射液

Procainamide Hydrochloride Injection
塩酸プロカインアミド注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl：271.79）を含む．

製 法 本品は「プロカインアミド塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液である．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1 g に対応する容量をとり，「プロカインアミド塩酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」0.01 g に対応する容量をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 5 mL とした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（3） 本品は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

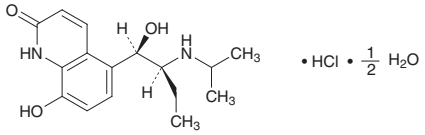
定 量 法 本品のプロカインアミド塩酸塩（$C_{13}H_{21}N_3O$・HCl）約 0.5 g に対応する容量を正確に量り，塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし，15 ℃ に冷却した後，0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈2.50〉する．

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 27.18 mg $C_{13}H_{21}N_3O$・HCl

貯 法 容 器 密封容器．

プロカテロール塩酸塩水和物

Procaterol Hydrochloride Hydrate
塩酸プロカテロール
プロカテロール塩酸塩



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl・$\frac{1}{2}H_2O$：335.83
8-Hydroxy-5-{(1*RS*,2*SR*)-1-hydroxy-2-[(1-methylethyl)amino]butyl}quinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride hemihydrate ［*62929-91-3*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロカテロール塩酸塩（$C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl：326.82）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，ギ酸又はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 195 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（7 → 1000000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき，液は

澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロカテロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロカテロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87 g を水 1000 mL に溶かした液 760 mL にメタノール 230 mL 及び酢酸（100）10 mL を加える．

流量：プロカテロールの保持時間が約 15 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及び塩酸スレオプロカテロール 20 mg ずつを薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 15 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とする．この液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロカテロール，スレオプロカテロールの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たプロカテロールのピーク高さが 10 mm 以上になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロカテロールの保持時間の約 2.5 倍の範囲

水 分〈2.48〉 2.5 ～ 3.3 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.25 g を精密に量り，ギ酸 2 mL を加え，加温して溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，更に無水酢酸 1 mL を加えた後，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，無水酢酸 60 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.68 mg $C_{16}H_{22}N_2O_3$・HCl

貯 法

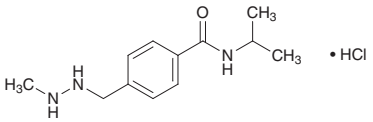
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

プロカルバジン塩酸塩

Procarbazine Hydrochloride

塩酸プロカルバジン



$C_{12}H_{19}N_3O$・HCl：257.76

N-(1-Methylethyl)-4-[(2-methylhydrazino)methyl]benzamide monohydrochloride ［*366-70-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロカルバジン塩酸塩（$C_{12}H_{19}N_3O$・HCl）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色～帯淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

融点：約 223 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（1 → 10）1 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 4 滴を加えるとき，直ちに緑色の沈殿を生じ，沈殿は緑色より黄色を経てだいだい色に変わる．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 50 mg を L-システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）5.0 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，L-システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板を，傾けながら L-システイン塩酸塩一水和物の薄めたメタノール（7 → 10）溶液（1 → 200）に徐々に浸し，1 分間放置した後取り出し，冷風で 10 分間，温風で 5 分間乾燥し，更に 60 ℃ で 5 分間乾燥する．冷後，この薄層板に試料溶液及び標準

溶液 5 μL ずつをスポットする．次にメタノール/酢酸エチル混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 1 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

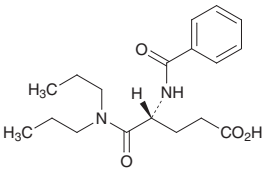
定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，共栓フラスコに入れ，水 25 mL に溶かし，塩酸 25 mL を加えて室温に冷却する．この液にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL
= 8.592 mg $C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

プログルミド

Proglumide



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{26}N_2O_4$：334.41

(4*RS*)−4−Benzoylamino−*N*,*N*−dipropylglutaramic acid

［*6620−60−6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プログルミド（$C_{18}H_{26}N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を丸底アンプルにとり，塩酸 5 mL を加え，アンプルを熔封し，注意して 120 ℃ で 3 時間加熱する．冷後，析出する結晶をろ取し，冷水 50 mL で洗った後，得られた結晶を 100 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 121 ～ 124 ℃ である．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（225 nm）：384 ～ 414（乾燥後，4 mg，メタノール，250 mL）．

融 点〈*2.60*〉 148 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL 及び過酸化水素（30）1.5 mL を加え，エタノールに点火した後，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸（100）/メタノール混液（50：18：5：4）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.10 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.16 g を精密に量り，メタノール 40 mL に溶かし，水 10 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

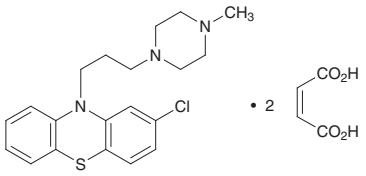
0.1 mol/L水酸化ナトリウム液 1mL = 33.44 mg $C_{18}H_{26}N_2O_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

プロクロルペラジンマレイン酸塩

Prochlorperazine Maleate

マレイン酸プロクロルペラジン



$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$：606.09

2−Chloro−10−［3−(4−methylpiperazin−1−yl)propyl］−10*H*−phenothiazine dimaleate ［*84−02−6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に溶けにくく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に赤色を帯びる．

融点：195 ～ 203 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈し，徐々に濃くなる．この液の半量をとり，加熱するとき，赤紫色を呈する．残りの液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，緑褐色を呈し，放置すると褐色に変わる．

（2） 本品 0.5 g に臭化水素酸 10 mL を加え，還流冷却器を付けて 10 分間加熱する．冷後，水 100 mL を加え，ガラスろ過器（G4）を用いてろ過する．残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 195 ～ 198 ℃（分解）である．

（3） 本品 0.2 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL に溶かし，ジエチルエーテル 3 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物にメタノール 10 mL を加え，加温して溶かし，これを 50 ℃ に加温した 2,4,6-トリニトロフェノールのメタノール溶液（1 → 75）30 mL に加えて 1 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 252 ～ 258 ℃（分解）である．

（4）（3）の水層に沸騰石を入れ，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，臭素試液 2 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，更に沸騰するまで加熱する．冷後，この液 2 滴をレソルシノールの硫酸溶液（1 → 300）3 mL 中に滴加し，水浴上で 15 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．

純度試験 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL を加え，かき混ぜながら加温して溶かす．冷後，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 15.15 mg $C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

Prochlorperazine Maleate Tablets

マレイン酸プロクロルペラジン錠

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$：606.09）を含む．

製 法 本品は「プロクロルペラジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」5 mg に対応する量をとり，酢酸（100）15 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に硫酸 3 mL を加えて振り混ぜるとき，淡赤色を呈する．この液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を滴加するとき，緑褐色を呈し，放置するとき，褐色に変わる．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.08 g に対応する量をとり，メタノール 15 mL 及びジメチルアミン 1 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品 0.08 g にメタノール 15 mL 及びジメチルアミン 1 mL を加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/アンモニア試液混液（15：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化パラジウム（Ⅱ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロクロルペラジンマレイン酸塩」0.04 g に対応する量をとり，1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離する．ジエチルエーテル層は分液漏斗に移し，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL で洗った後，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸試液 5 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液に過マンガン酸カリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，めのう製乳鉢を用いて粉末とする．プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）約 16 mg に対応する量を精密に量り，共栓遠心沈殿管に入れ，ジメチルホルムアミド/ジメチルアミン混液（100：1）25 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 64 mg を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド/ジメチルアミン混液（100：1）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを正確に共栓遠心沈殿管に量り，pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL 及びシクロヘキサン 20 mL を正確に加え，密栓して 5 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．シクロヘキサン層 10 mL を正確に共栓遠心沈殿管に量り，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 20 mL を正確に加えた後，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 5 mL を正確に加え，密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの水層につき，塩化パラジウム（Ⅱ）試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 495 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロクロルペラジンマレイン酸塩（$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 4)$

W_S：プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

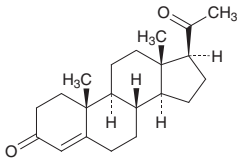
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

プロゲステロン

Progesterone



$C_{21}H_{30}O_2$：314.46

Pregn-4-ene-3, 20-dione　［*57-83-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又は 1, 4-ジオキサンにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.05 g をとり，塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をエタノール（95）5 mL に溶かした液を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，エタノールを蒸発して 3 mL とした後，水 10 mL を加える．生じた沈殿を吸引ろ取し，水少量で洗い，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 235 ～ 240 ℃ である．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したプロゲステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉〔$\alpha]_D^{20}$：+174 ～ +182°（乾燥後，0.2 g，1, 4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　128 ～ 133 ℃ 又は 120 ～ 122 ℃.

純度試験　類縁物質　本品 80 mg をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）の量（mg）

$= (A / 540) \times 10000$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

プロゲステロン注射液

Progesterone Injection

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するプロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$：314.46）を含む．

製　法　本品は「プロゲステロン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の油液である．

確認試験　本品の表示量に従い「プロゲステロン」0.02 g に対応する容量をとり，分液漏斗に入れ，ヘキサン 40 mL を加え，よく振り混ぜた後，薄めたエタノール（9 → 10）20 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物に 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 75 mg 及びエタノール（95）30 mL を加え，還流冷却器を付け，15 分間煮沸した後，塩酸 1 mL を加え，更に 15 分間加熱する．冷後，生じた沈殿をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，ヘキサン 10 mL ずつで 5 回，次にエタノール（95）5 mL ずつで 3 回洗い，更に薄めた塩酸（1 → 20）で洗液が無色となるまで洗い，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 269 ～ 275 ℃ である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のプロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，クロロホルムに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にプロゲステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，45 分間放置する．これらの液につき，クロロホルム 5 mL を

用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 380 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロゲステロン（$C_{21}H_{30}O_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プロゲステロン標準品の秤取量（mg）

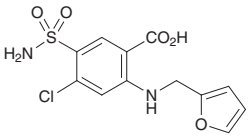
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

フロセミド

Furosemide



$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74

4-Chloro-2-[(furan-2-ylmethyl)amino]-5-sulfamoylbenzoic acid　[*54-31-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，アセトニトリル又は酢酸（100）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 205 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 25 mg をメタノール 10 mL に溶かし，この液 1 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱した後，冷却し，水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．

（2）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 125000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフロセミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 50）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 2.6 g を希水酸化ナトリウム試液 90 mL に溶かし，硝酸 2 mL を加えてろ過する．ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.020 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　（2）のろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.030 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　類縁物質　本品 25 mg を溶解液 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，溶解液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得られるフロセミドのピークより前に現れる個々のピークのピーク面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 2/5 倍より大きくなく，フロセミドのピークより後に現れる個々のピークのピーク面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 1/4 倍より大きくない．また，それらのピークの合計面積は標準溶液のフロセミドのピーク面積の 2 倍より大きくない．

溶解液　酢酸（100）22 mL に水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 1000 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/酢酸（100）混液（70：30：1）

流量：フロセミドの保持時間が約 18 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフロセミドの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，溶解液を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たフロセミドのピーク面積が，標準溶液のフロセミドのピーク面積の 3.2 ～ 4.8 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロセミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 7000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フロセミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモチモールブルー試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする．別に *N*,*N*−ジメチルホルムアミド 50 mL に水 15 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 33.07 mg $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

フロセミド錠
Furosemide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$：330.74）を含む．

製 法 本品は「フロセミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」0.2 g に対応する量をとり，アセトン 40 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 0.5 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は，芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液は赤色～赤紫色を呈する．
（2） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm，269 ～ 273 nm 及び 330 ～ 336 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 本品を粉末とし，表示量に従い「フロセミド」40 mg に対応する量をとり，アセトン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後，更にアセトンを加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 1.0 mL に水 3.0 mL を加えて氷冷した後，希塩酸 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜ，1 分間放置する．この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜ，3 分間放置した後，*N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1.0 mL を加え，よく振り混ぜ，5 分間放置する．この液につき，アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長 530 nm における吸光度は 0.10 以下である．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えてよく振り混ぜて崩壊させた後，1 mL 中にフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 0.4 mg を含む液となるように 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，正確に V mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL 以上を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，20 mg 錠では 15 分後，40 mg 錠では 30 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 10 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノール 5 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 mg 錠の 15 分間及び 40 mg 錠の 30 分間の溶出率は，それぞれ 80 % 以上である．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のフロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 70 mL を加えてよく振り混ぜた後，更に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL 以上を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にフロセミド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フロセミド（$C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 2$

W_S：フロセミド標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

プロタミンインスリン亜鉛水性懸濁注射液

Insulin Zinc Protamine Injection (Aqueous Suspension)

プロタミンインシュリン亜鉛水性懸濁注射液

本品は水性の懸濁注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたインスリン単位の 90 ～ 110 % を含む．また，表示された 100 単位につき，亜鉛（Zn：65.41）0.20 ～ 0.30 mg を含む．

製　法　本品は「インスリン」，「プロタミン硫酸塩」及び「塩化亜鉛」をとり，注射剤の製法により製する．本品 100 mL 中に「リン酸水素ナトリウム水和物」0.38 ～ 0.63 g，「濃グリセリン」1.4 ～ 1.8 g 及び「クレゾール」0.18 ～ 0.22 g 又は「フェノール」0.22 ～ 0.28 g を含むようにこれらを加える．

性　状　本品は白色の懸濁液で，放置するとき，白色の沈殿物と無色の上澄液に分離し，この沈殿物は，穏やかに振り混ぜるとき，再び容易に懸濁状となる．

本品は鏡検するとき，大きい粒状物を認めない．

確認試験　本品に希塩酸を加えて pH を 2.5 ～ 3.5 に調整するとき，沈殿は溶け，液は無色澄明となる．

pH〈*2.54*〉　7.0 ～ 7.4

純度試験

（1）　たん白質　窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された 100 単位につき，窒素（N：14.01）の量は 1.25 mg を超えない．

（2）　溶存するインスリン　本品を遠心分離して得た澄明な液につき，次のように試験を行うとき，溶存するインスリンの量は表示単位の 2.5 % 以下である．

本品の澄明な液を試料溶液とし，標準溶液は「インスリン」の定量法（iv）を準用して調製し，本品の表示単位の 2.5 % の濃度とする．注射前 14 時間以上飼料を与えない体重 1.8 kg 以上の健康なウサギを 2 群に分け，各群は 3 匹以上の同数とする．体重 1 kg につき標準溶液又は試料溶液のそれぞれ 0.3 単位に相当する量を皮下注射する．注射前及び注射後 1 時間及び 2.5 時間に採血し，以下「インスリン」の定量法（viii）を準用し，各ウサギの注射前血糖量に対する注射後 1 時間及び 2.5 時間の平均血糖量の比を求めるとき，試料溶液注射群の平均値は標準溶液注射群の平均値以上である．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1）　インスリン　本品に薄めた塩酸（1 → 1000）を加えて pH を約 2.5 に調整した澄明な液につき，「インスリン」の定量法を準用する．ただし，（v）試料溶液及び（ix）計算法は，次のとおりとする．

（v）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その 1 mL 中に正確に 2.0 単位及び 1.0 単位を含むようにインスリン用溶媒を加えて薄め，それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする．

（ix）　計算法　計算法のうち，

本品 1 mg 中の単位数

$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times b / a$

a：本品の秤取量（mg）

を次のとおりとする．

本品 1 mL 中の単位数

$= \text{antilog}\ M \times (S_H\ 1\ \text{mL 中の単位数}) \times b / a$

a：本品の秤取量（mL）

（2）　亜鉛　本品の表示単位に従い，約 200 単位を含む容量を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，更に水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.6 ～ 1.0 μg を含むように薄め，試料溶液とする．別に原子吸光光度用亜鉛標準液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中に亜鉛（Zn：65.41）0.4 ～ 1.2 μg を含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の亜鉛含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

波長：213.9 nm

貯　法

保存条件　凍結を避け，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

有効期限　製造後 24 箇月．

プロタミン硫酸塩

Protamine Sulfate

硫酸プロタミン

本品はサケ科（*Salmonidae*）などの魚類の成熟した精巣から得たプロタミンの硫酸塩である．

性　状　本品は白色～淡灰黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

確認試験

（1）　本品 1 mg を水 2 mL に溶かし，1-ナフトール 0.1 g を薄めたエタノール（7 → 10）100 mL に溶かした液 5 滴及び，次亜塩素酸ナトリウム試液 5 滴を加えた後，水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とするとき，液は鮮赤色を呈する．

（2）　本品 5 mg に水 1 mL を加え，加温して溶かし，水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）1 滴及び硫酸銅（Ⅱ）試液 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 窒素 本品を 105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，本品 1 mg につき，窒素（N：14.01）の量は 0.255 mg 以下である．

抗ヘパリン試験

（i） 試料溶液 本品 20.0 mg を生理食塩液に溶かし正確に 20 mL とする．

（ii） ヘパリンナトリウム標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品 10.0 mg を生理食塩液に溶かし，その 1 mL 中に正確に 0.7 mg を含むように調製する．

（iii） 硫酸塩・全血液 新鮮なウシの血液 250 mL を硫酸ナトリウム十水和物溶液（9 → 50）50 mL を入れた広口の共栓ポリエチレン瓶に入れ，1 ～ 4 ℃ で保存する．用時凝固物があるときは除いて用いる．

（iv） トロンボキナーゼ抽出液 アセトン乾燥牛脳 1.5 g に水 60 mL を加え，50 ℃ で 10 ～ 15 分間抽出し，1500 回転で 2 分間遠心分離した後，上層液をとり，これに保存剤としてクレゾールを 0.3 % の割合に加え，1 ～ 4 ℃ で保存する．この液は数日間効力を保つ．

（v） 操作法 清浄な内径 13 mm，長さ 150 mm の共栓試験管 10 本をとり，その 1 本に生理食塩液 1.30 mL 及びトロンボキナーゼ抽出液 0.20 mL を加え，次に正確に硫酸塩・全血液 1 mL を加え，栓をして 1 回転倒して混和する．同時に秒時計で時間を記録する．管を転倒しても，管底の凝固物が落下しなくなったときを凝固とみなし，この時間を基準時間とする．基準時間はトロンボキナーゼ抽出液の量を適当に調節して 2 ～ 3 分となるようにする．次に残りの試験管 9 本に試料溶液 0.50 mL 及び基準時間の測定に用いたのと等量のトロンボキナーゼ抽出液を加え，更に各管にそれぞれヘパリンナトリウム標準溶液 0.43 mL，0.45 mL，0.47 mL，0.49 mL，0.50 mL，0.51 mL，0.53 mL，0.55 mL 及び 0.57 mL を加えた後，生理食塩液を加えて各管の容積を 1.50 mL とする．最後に各管に硫酸塩・全血液 1.0 mL ずつを加え，栓をして 1 回転倒して混和する．同時に秒時計で凝固時間を記録する．基準時間に最も近い凝固時間を有する管の試料溶液を V mL，その管のヘパリンナトリウム標準溶液を v mL とするとき，v/V は 0.85 ～ 1.15 である．

貯 法 容 器 気密容器．

プロタミン硫酸塩注射液

Protamine Sulfate Injection

硫酸プロタミン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は「プロタミン硫酸塩」の量を表示する．

製 法 本品は「プロタミン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色の液で，においはないか，又は保存剤によるにおいがある．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1 mg に対応する容量をとり，水を加えて 2 mL とし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5 mg に対応する容量をとり，水を加えて 1 mL とし，以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 5.0 ～ 7.0

純度試験 窒素 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」約 10 mg に対応する容量を正確に量り，ケルダールフラスコに入れ，水浴上で空気を通じて蒸発乾固し，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，表示された「プロタミン硫酸塩」1 mg につき，窒素（N：14.01）の量は 0.225 ～ 0.255 mg である．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

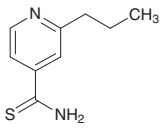
抗ヘパリン試験 「プロタミン硫酸塩」の抗ヘパリン試験を準用する．ただし，（i）試料溶液は次のとおりとする．

試料溶液 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」20.0 mg に対応する容量を正確に量り，生理食塩液を加えて正確に 20 mL とする．

貯 法 容 器 密封容器．

プロチオナミド

Prothionamide



$C_9H_{12}N_2S$：180.27

2-Propylpyridine-4-carbothioamide ［*14222-60-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロチオナミド（$C_9H_{12}N_2S$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸及び希硫酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.05 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を混和し，その約 10 mg を試験管にとり，小火炎を用いて数秒間加熱して融解する．冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加えるとき，液は赤色～だいだい赤色を呈する．

（2） 本品 0.5 g を 100 mL のビーカーに入れ，水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，時々振り混ぜながら加熱して溶かすとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．更に，この液を 3 ～ 5 mL となるまで穏やかに煮沸し，

冷後，酢酸（100）20 mL を徐々に加え，水浴上で加熱するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛（Ⅱ）紙を黒変する．更に，水浴上で送風しながら液量が 3 ～ 5 mL となるまで濃縮し，冷後，水 10 mL を加え，よくかき混ぜ，吸引ろ取し，速やかに水から再結晶し，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 6 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 198 ～ 203 ℃（分解）である．

融　点〈2.60〉 142 ～ 145 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g をエタノール（95）20 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2） 酸　本品 3.0 g にメタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，これに水 100 mL を加え，氷水中で振り混ぜながら結晶を析出させた後，ろ過する．ろ液 80 mL をとり，室温に戻し，クレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（3.3 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.03 mg $C_9H_{12}N_2S$

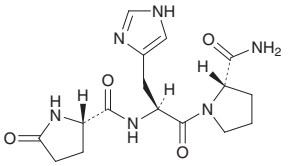
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロチレリン

Protirelin



$C_{16}H_{22}N_6O_4$：362.38

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide　［*24305-27-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン（$C_{16}H_{22}N_6O_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1） 本品 0.01 g を硬質試験管にとり，6 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え，試験管の上部を融封し，注意して 110 ℃で 5 時間加熱する．冷後，開封し，内容物をビーカーに移し，水浴上で蒸発乾固する．残留物を水 1 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-グルタミン酸 0.08 g，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.12 g 及び L-プロリン 0.06 g を水 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：1：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－66.0 ～ －69.0°（脱水物に換算したもの，0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：2：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃で 30 分間乾燥する．薄層板（1）にスルファニル酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200）/亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）混液（1：1）を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 10）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃で 5 分間加熱するとき，着色したスポットを認めない．

水　分〈2.48〉 5.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（0.2 g）．

定 量 法　本品約 70 mg を精密に量り，酢酸（100）50 mL

に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 7.248 mg $C_{16}H_{22}N_6O_4$

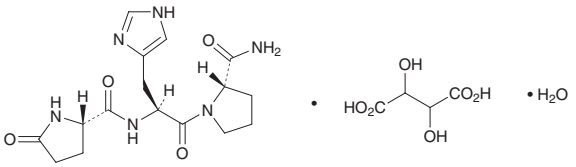
貯 法 容 器 気密容器．

プロチレリン酒石酸塩水和物

Protirelin Tartrate Hydrate

酒石酸プロチレリン

プロチレリン酒石酸塩



$C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6 \cdot H_2O$：530.49

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide monotartrate monohydrate ［*24305-27-9*，プロチレリン］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，プロチレリン酒石酸塩（$C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$：512.47）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 187 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）1 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 2000）2 mL 及び pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加えるとき，液は赤色を呈する．

（2） 本品 0.03 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）試液 1 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（3） 本品 0.20 g をとり，6 mol/L 塩酸試液 5.0 mL を加え，還流冷却器を付け，7 時間煮沸する．冷後，この液 2.0 mL をとり，水浴上で蒸発乾固した後，残留物を水 2.0 mL に溶かし，試料溶液とする．別に L-グルタミン酸 22 mg，L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 32 mg，L-プロリン 17 mg をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 2.0 mL を加え，加温して溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸（100）混液（4：1：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットは，標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び R_f 値が等しい．

（4） 本品の水溶液（1 → 40）は酒石酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－50.0 ～ －53.0°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を磁製るつぼにとる．これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸 10 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.60 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（1）に，試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板（2）にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．薄層板（1）にスルファニル酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200）/亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 20）混液（1：1）を均等に噴霧した後，風乾する．次に炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 10）を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板（2）にニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，着色したスポットを認めない．

水 分〈2.48〉 4.5 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 51.25 mg $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$

貯 法 容 器 密閉容器．

プロテイン銀

Silver Protein

本品は銀及びたん白質の化合物である．

本品は定量するとき，銀（Ag：107.87）7.5 ～ 8.5 % を含む．

性 状 本品はうすい黄褐色～褐色の粉末で，においはない．

本品 1 g は水 2 mL に徐々に溶け，エタノール（95），ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.0 ～ 8.5 である．

本品はやや吸湿性である．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）10 mL に希塩酸 2 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えた後，薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（2 → 25）2 mL を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液を滴加するとき，液は退色し，徐々に沈殿を生じる．

（3） 本品 0.2 g 強熱して灰化し，残留物に硝酸 1 mL を加え，加温して溶かし，水 10 mL を加えた液は，銀塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験 銀塩 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，ろ過した液にクロム酸カリウム試液 1 mL を加えるとき，液は混濁しない．

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り，100 mL の分解フラスコにとり，硫酸 10 mL を加え，漏斗をのせ，5 分間煮沸する．冷後，硝酸 3 mL を注意して滴加し，30 分間煮沸を避けて加熱する．冷後，硝酸 1 mL を加えて煮沸し，必要ならばこの操作を繰り返し，液が冷時，無色となるまで煮沸する．冷後，この液を水 100 mL を用いて 250 mL の三角フラスコに移し，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 3 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 10.79 mg Ag

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

プロテイン銀液

Silver Protein Solution

本品は定量するとき，銀（Ag：107.87）0.22 ～ 0.26 w/v% を含む．

製 法

プロテイン銀	30 g
グリセリン	100 mL
ハッカ水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性 状 本品は褐色澄明の液で，ハッカ油のにおいがある．

確認試験

（1） 本品 1 mL にエタノール（95）10 mL を混和した後，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，直ちに塩化銅（Ⅱ）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加え，振り混ぜてろ過するとき，ろ液は青色を呈する（グリセリン）．

（2） 本品 3 mL をとり，水を加えて 10 mL とし，これに希塩酸 2 mL を加え，5 分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えた後，薄めた硫酸銅（Ⅱ）試液（2 → 25）2 mL を加えるとき，液は紫色を呈する（プロテイン銀）．

（3） （2）の試料溶液 5 mL に塩化鉄（Ⅲ）試液を滴加するとき，褐色の沈殿を生じる（プロテイン銀）．

（4） 本品 3 mL をるつぼに入れ，注意して加熱し，ほとんど乾固した後，徐々に強熱して灰化し，残留物に硝酸 1 mL を加え，加温して溶かし，水 10 mL を加えた液は銀塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法 本品 25 mL を正確に量り，250 mL のケルダールフラスコに入れ，グリセリンの白煙を生じるまで注意して加熱する．冷後，硫酸 25 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，5 分間弱く加熱する．冷後，硝酸 5 mL を徐々に滴加し，水浴中で時々振り混ぜながら 45 分間加熱する．冷後，硝酸 2 mL を加えて静かに煮沸し，冷時，液が無色となるまでこの操作を繰り返す．注意してフラスコの内容物を水 250 mL で 500 mL の三角フラスコに洗い込み，5 分間弱く煮沸し，冷後，0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 3 mL）．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 10.79 mg Ag

貯 法

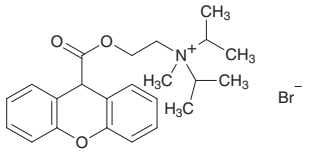
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

プロパンテリン臭化物

Propantheline Bromide

臭化プロパンテリン



$C_{23}H_{30}BrNO_3$：448.39

N-Methyl-*N*,*N*-bis(1-methylethyl)-2-[(9*H*-xanthen-9-ylcarbonyl)oxy]ethylaminium bromide ［*50-34-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロパンテリン臭化物（$C_{23}H_{30}BrNO_3$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は水，エタノール（95），酢酸（100）又はクロロホルムに極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融点：約 161 ℃（分解，ただし乾燥後）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，沸騰するまで加熱し，更に 2 分間加熱を続けた後，60 ℃ に冷却し，希塩酸 5 mL を加える．冷後，沈殿をろ取し，水でよく洗い，希エタノールから再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 217 ～ 222 ℃ である．

（2） （1）で得た結晶 0.01 g を硫酸 5 mL に溶かすとき，液はさえた黄色～黄赤色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

純度試験 キサンテン-9-カルボン酸及びキサントン 本品 10 mg をとり，クロロホルム 2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にキサンテン-9-カルボン酸 1.0 mg 及びキサントン 1.0 mg をとり，クロロホルム 40 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，10 分間風乾する．次に，1,2-ジクロロエタン/メタノール/水/ギ酸混液（56：24：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液のスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

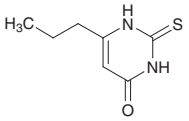
定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 44.84 mg $C_{23}H_{30}BrNO_3$

貯 法 容 器 密閉容器．

プロピルチオウラシル

Propylthiouracil



$C_7H_{10}N_2OS$：170.23

6-Propyl-2-thiouracil ［51-52-5］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に臭素試液 7 mL を加え，1 分間よく振り混ぜ，試液の色が消えるまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に水酸化バリウム試液 10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，沈殿は 1 分間以内に紫色に変わらない．

（2） 本品の熱飽和水溶液 5 mL にペンタシアノアンミン鉄（Ⅱ）酸ナトリウム *n* 水和物溶液（1 → 100）2 mL を加えるとき，液は緑色を呈する．

融 点〈2.60〉 218 ～ 221 ℃

純度試験

（1） 硫酸塩〈1.14〉 本品を乳鉢を用いて微細な粉末とし，その 0.75 g に水 25 mL を加え，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，ろ過し，ろ液が 30 mL となるまで水で洗い，ろ液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.077 % 以下）．

（2） チオ尿素 本品 0.30 g に水 50 mL を加え，還流冷却器を付け，5 分間加熱して溶かし，冷後，ろ過する．ろ液 10 mL にアンモニア試液 3 mL を加えてよく振り混ぜた後，硝酸銀試液 2 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：チオ尿素 60 mg を正確に量り，水に溶かし正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 10 mL をとり，以下同様に操作する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，水 30 mL を加え，ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を加え，沸騰するまで加熱し，かき混ぜて溶かす．フラスコの壁に付いた固形物を少量の水で洗い込み，かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を加え，5 分間穏やかに煮沸した後，ブロモチモールブルー試液 1 ～ 2 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定〈2.50〉を続け，前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL
＝ 8.512 mg $C_7H_{10}N_2OS$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密閉容器．

プロピルチオウラシル錠

Propylthiouracil Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するプロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$：170.23）を含む．

製 法 本品は「プロピルチオウラシル」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「プロピルチオウラシル」0.3 g に対応する量をとり，アンモニア試液 5 mL を加え，時々振り混ぜながら 5 分間放置した後，水 10 mL

を加えて遠心分離する．上澄液に酢酸（31）を加え，生じた沈殿をろ取し，水から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 218 ～ 221 ℃ である．また，このものにつき，「プロピルチオウラシル」の確認試験を準用する．

溶 出 性〈6.10〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用プロピルチオウラシルを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かして正確に 1000 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 274 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S：定量用プロピルチオウラシルの秤取量（mg）
C：1 錠中のプロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）の表示量（mg）

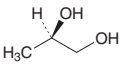
定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロピルチオウラシル（$C_7H_{10}N_2OS$）約 0.3 g に対応する量を精密に量り，ソックスレー抽出器に入れ，アセトン 100 mL を用いて 4 時間抽出する．抽出液を水浴上で加温してアセトンを留去し，残留物に水 30 mL を加え，以下「プロピルチオウラシル」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL
= 8.512 mg $C_7H_{10}N_2OS$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

プロピレングリコール

Propylene Glycol



及び鏡像異性体

$C_3H_8O_2$：76.09
(2*RS*)−Propane−1, 2−diol　［*57−55−6*］

性　状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はピリジンと混和する．

本品はジエチルエーテルに溶けやすい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 2 ～ 3 滴にトリフェニルクロロメタン 0.7 g を混和し，ピリジン 1 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する．冷後，アセトン 20 mL を加え，加温して溶かし，活性炭 0.02 g を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液が約 10 mL となるまで濃縮し，冷却する．析出した結晶をろ取し，デシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 174 ～ 178 ℃ である．

（2）　本品 1 mL に硫酸水素カリウム 0.5 g を加え，穏やかに加熱するとき，特異なにおいを発する．

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.035 ～ 1.040

純度試験

（1）　酸　本品 10.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を混和し，フェノールフタレイン試液 5 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき，液は赤色である．

（2）　塩化物〈1.03〉　本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈1.14〉　本品 10.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.002 % 以下）．

（4）　重金属〈1.07〉　本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6）　グリセリン　本品 1.0 g を硫酸水素カリウム 0.5 g に加え，加熱して蒸発乾固するとき，アクロレインのにおいを発しない．

水　分〈2.48〉　0.5 % 以下（2 g，直接滴定）．

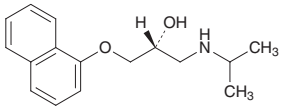
強熱残分〈2.44〉　本品約 20 g を質量既知のるつぼに入れ，その質量を精密に量り，加熱して沸騰させ，加熱をやめ，直ちに点火して燃やし，冷後，残留物を硫酸 0.2 mL で潤し，恒量になるまで注意して強熱するとき，残留物の量は 0.005 % 以下である．

蒸留試験〈2.57〉　184 ～ 189 ℃，95 vol% 以上．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロプラノロール塩酸塩

Propranolol Hydrochloride
塩酸プロプラノロール



及び鏡像異性体

$C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$：295.80
(2*RS*)−1−(1−Methylethyl)amino−3−(naphthalen−1−yloxy)propan−2−ol monohydrochloride　［*318−98−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロプラノロール塩

酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液（1 → 40）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に帯黄白色～淡褐色になる．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 0.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

融　点〈2.60〉　163 ～ 166 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロプラノロール以外のピーク面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のプロプラノロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 2 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：292 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.6 g 及びリン酸テトラブチルアンモニウム 0.31 g を水 450 mL に溶かし，硫酸 1 mL 及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 550 mL を加えた後，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，pH 3.3 に調整する．

流量：プロプラノロールの保持時間が約 4 分になるように調整する．

面積測定範囲：プロプラノロールの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たプロプラノロールのピーク面積が，標準溶液のプロプラノロールのピーク面積の 17 ～ 33 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プロプラノロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロプラノロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.58 mg $C_{16}H_{21}NO_2$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロプラノロール塩酸塩錠

Propranolol Hydrochloride Tablets

塩酸プロプラノロール錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl：295.80）を含む．

製　法　本品は「プロプラノロール塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 288 ～ 292 nm 及び 317 ～ 321 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 20 mL を加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．次にメタノール 50 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 20 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）
C：1 錠中のプロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の表示量（mg）

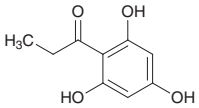
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）約 20 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 60 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸プロプラノロールを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

プロプラノロール塩酸塩（$C_{16}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：定量用塩酸プロプラノロールの秤取量（mg）

貯 法
保存条件 遮光して保存する．
容 器 密閉容器．

フロプロピオン
Flopropione



$C_9H_{10}O_4$：182.17
1-(2,4,6-Trihydroxyphenyl)propan-1-one ［2295-58-1］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200）1 mL に水 4 mL 及び硝酸鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．
（2） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈2.60〉 177 ～ 181 ℃

純度試験
（1） 溶状 本品 1.0 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液 H より濃くない．
（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（4） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/エタノール（99.5）/酢酸（100）混液（40：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧し，冷風で約 5 分間乾燥するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 4.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，N,N-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 18.22 mg $C_9H_{10}O_4$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

フロプロピオンカプセル
Flopropione Capsules

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するフロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$：182.17）を含む．

製　法　本品は「フロプロピオン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」60 mg に対応する量をとり，水 40 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する．
（2）　本品の内容物を取り出し，粉末とし，表示量に従い「フロプロピオン」90 mg に対応する量をとり，エタノール（99.5）100 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 5 mL にエタノール（99.5）を加えて 50 mL とする．この液 5 mL にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．
本品 1 個をとり，水/リン酸混液（86：1）43 mL を加え，50 ℃ の水浴中で崩壊させる．冷後，表示量に従い 1 mL 中にフロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）0.4 mg を含む液になるようにアセトニトリルを加えて正確に V mL とする．この液を 10 分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 100)$

W_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液を 10 分間かき混ぜた後，その一部をとり，毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用フロプロピオン（別途「フロプロピオン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 40 mg を精密に量り，移動相 70 mL を加え，10 分間超音波を照射して溶かした後，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のフロプロピオンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

フロプロピオン（$C_9H_{10}O_4$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

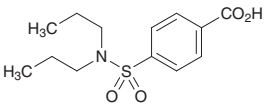
W_S：脱水物に換算した定量用フロプロピオンの秤取量（mg）

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：267 nm）
カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/水/リン酸混液（114：86：1）
流量：フロプロピオンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：フロプロピオン 50 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 20 mL をとり，別にパラオキシ安息香酸エチル 25 mg を量り，アセトニトリル 30 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とした液 25 mL を加えた後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロプロピオン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

プロベネシド
Probenecid



$C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36
4-(Dipropylaminosulfonyl)benzoic acid　[*57-66-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は初めわずかに苦く，後に不快な苦みになる．
本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．
本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．
融点：198 ～ 200 ℃

確認試験
（1）　本品を強熱するとき，二酸化イオウのにおいを発する．
（2）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロベネ

シド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 酸　本品 2.0 g に水 100 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，ろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 100 mL 及び硝酸 1 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 100 mL 及び塩酸 1 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する．冷後，必要ならば水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，中和エタノール 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
　= 28.54 mg $C_{13}H_{19}NO_4S$

貯 法 容 器　密閉容器．

プロベネシド錠
Probenecid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$：285.36）を含む．

製 法　本品は「プロベネシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「プロベネシド」0.5 g に対応する量をとり，エタノール（95）50 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発し，約 20 mL とする．冷後，析出した結晶をろ取し，希エタノール 50 mL から再結晶し，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その融点は〈2.60〉198 ～ 200 ℃ である．また，このものにつき，「プロベネシド」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）の乾燥した結晶のエタノール（95）溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 224 ～ 226 nm 及び 247 ～ 249 nm に吸収の極大を示し，234 ～ 236 nm に吸収の極小を示す．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）約 14 μg を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 244 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の表示量に対する溶出率（%）
　$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：プロベネシド標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のプロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，エタノール（95）200 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え，70 ℃ の水浴上で時々振り混ぜながら 30 分間加熱する．冷後，エタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にプロベネシド標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL にエタノール（95）を加えて正確に 250 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

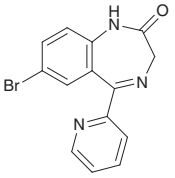
プロベネシド（$C_{13}H_{19}NO_4S$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：プロベネシド標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器　密閉容器．

ブロマゼパム

Bromazepam



$C_{14}H_{10}BrN_3O$：316.15

7-Bromo-5-(pyridin-2-yl)-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*1812-30-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロマゼパム（$C_{14}H_{10}BrN_3O$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール，エタノール（99.5）又はアセトンに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 245 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を白金るつぼにとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をアセトン/メタノール混液（3：2）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトン/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトン/メタノール混液（3：2）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/アンモニア水（28)/エタノール（99.5）混液（38：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

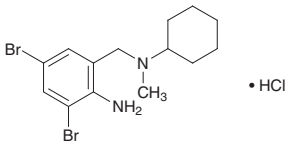
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 31.62 mg $C_{14}H_{10}BrN_3O$

貯 法 容　器　密閉容器．

ブロムヘキシン塩酸塩

Bromhexine Hydrochloride

塩酸ブロムヘキシン



$C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl：412.59

2-Amino-3,5-dibromo-*N*-cyclohexyl-*N*-methylbenzylamine monohydrochloride ［*611-75-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロムヘキシン塩酸塩（$C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくい．

本品の飽和水溶液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

融点：約 239 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 3 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 1 g に水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え，ジエチルエーテル 20 mL ずつで 4 回抽出する．水層をとり，希硝酸で中和した液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のブロムヘキシン以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のブロムヘキシンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.0 g を 900 mL の水に溶かし，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.0 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．この液 200 mL をとり，アセトニトリル 800 mL を加える．

流量：ブロムヘキシンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：硫酸バメタン 0.05 g に試料溶液 0.5 mL を加え，移動相に溶かし 10 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，バメタン，ブロムヘキシンの順に溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たブロムヘキシンのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブロムヘキシンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，50 ℃ の水浴中で 15 分間加温し，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.26 mg $C_{14}H_{20}Br_2N_2$・HCl

貯　法

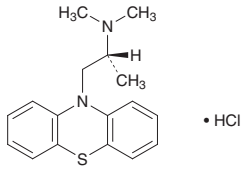
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

プロメタジン塩酸塩

Promethazine Hydrochloride

塩酸プロメタジン



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl：320.88

(2*RS*)-*N*,*N*-Dimethyl-1-(10*H*-phenothiazin-10-yl)propan-2-ylamine monohydrochloride　［*58-33-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，プロメタジン塩酸塩（$C_{17}H_{20}N_2S$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

本品の水溶液（1 → 25）は旋光性を示さない．

融点：約 223 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する．ろ液 5 mL に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本操作は，直射日光を避けて行う．本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は，直射日光を避けて行う．本品 0.10 g をとり，エタノール（95）5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩酸イソプロメタジン 20 mg をとり，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液（2）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液の主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.09 mg $C_{17}H_{20}N_2S$・HCl

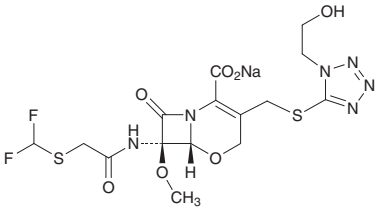
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium



$C_{15}H_{17}F_2N_6NaO_7S_2$：518.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(difluoromethylsulfanyl)acetyl]amino}-3-[1-(2-hydroxyethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-7-methoxy-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate [*92823-03-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 870 ～ 985 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により分解する．この検液 2 mL にアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液の混液（1：1：1）1.5 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近に単一線のシグナル A を，δ 3.7 ppm 付近に単一線又は鋭い多重線のシグナル B を，δ 5.2 ppm 付近に単一線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C はほぼ 3：2：1 である．

（5）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：－8 ～ －13°（脱水物に換算したもの 1 g，水/エタノール（99.5）混液（4：1），50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g を石英製のるつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g に硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え，注意して加熱する．液が無色～淡黄色となるまで時々硝酸 2 mL を加えながら加熱を続ける．冷後，シュウ酸アンモニウム試液 10 mL を加え，白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ～ 3 mL とする．冷後，水を加えて 10 mL とした液を検液とし，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品を用いないで同様に操作した後，この液 10 mL を発生瓶に入れ，ヒ素標準液 2 mL を正確に加え，以下検液と同様に操作する（2 ppm 以下）．

（4）　1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は，脱水物に換算した本品の 1.0 % 以下である．

1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_3H_6N_4OS$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：246 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.94 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.60 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 750 mL にメタノール 250 mL を加える．

流量：フロモキセフの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，フロモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するフロモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　5 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

注射用フロモキセフナトリウム

Flomoxef Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するフロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$：496.47）を含む．

製　法　本品は「フロモキセフナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は白色～淡黄白色の軽質の塊又は粉末である．

確認試験　本品につき，「フロモキセフナトリウム」の確認試験（3）を準用する．

pH 〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」0.5 g（力価）に対応する量を水 5 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール　定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．別に 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール約 20 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量は，本品 1 g（力価）当たり 10 mg 以下である．

1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール（$C_3H_6N_4OS$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 10)$

W_S：1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量（mg）

内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

試験条件

「フロモキセフナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 μL から得た 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が，標準溶液の 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対する 1-(2-ヒドロキシエチル)-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水　分 〈*2.48*〉　1.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.025 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性 〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量り，内容物の平均質量を求める．内容物約 1 g をシャーレに薄く広げ，臭化マグネシウム飽和溶液を入れた恒湿器中に遮光して放置し，水分を平衡化させる．その約 0.1 g につき，水分の項に準じて水分を測定しておく．本品の表示量に従い「フロモキセフナトリウム」約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にフロモキセフトリエチルアンモニウム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．以下「フロモキセフナトリウム」の定量法を準用する．

フロモキセフ（$C_{15}H_{18}F_2N_6O_7S_2$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：フロモキセフトリエチルアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

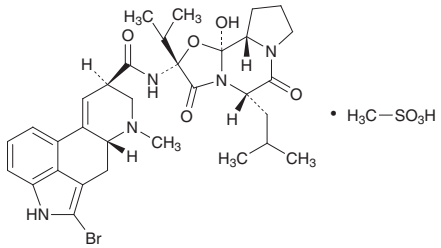
内標準溶液　*m*-クレゾール溶液（3 → 1000）

貯　法　容　　器　密封容器．本品はポリエチレン製又はポリプロピレン製水性注射剤容器を使用することができる．

ブロモクリプチンメシル酸塩

Bromocriptine Mesilate

メシル酸ブロモクリプチン



$C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：750.70

(5′*S*)-2-Bromo-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)ergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate　［*22260-51-1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブロモクリプチンメシル酸塩（$C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微帯黄白色又は微帯褐白色の結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，無水酢酸，ジクロロメタン又はクロロホルムに極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし，4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は帯紫青色を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔$\alpha]_D^{20}$：＋95 ～ ＋105°〔乾燥物に換算したもの 0.1 g，メタノール/ジクロロメタン混液（1：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 2.5 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL をとり，薄めた塩酸（1 → 40）を加えて正確に 100 mL とする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をメタノール/クロロホルム混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確にとり，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．この液 10 mL を正確にとり，メタノール/クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板に 1 cm の帯状にスポットする．直ちにジクロロメタン/1，4-ジオキサン/エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（1800：150：50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を減圧で 30 分間乾燥する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し，更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後，薄層板をガラス板で覆い観察するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ主スポット以外のスポットのうち標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは，1 個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，80 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.6 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：1）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 75.07 mg $C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

貯　法

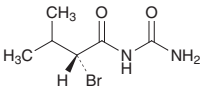
保存条件　遮光して，－18 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

ブロモバレリル尿素

Bromovalerylurea

ブロムワレリル尿素



及び鏡像異性体

$C_6H_{11}BrN_2O_2$：223.07

(2*RS*)−(2−Bromo−3−methylbutanoyl)urea　［*496−67−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ブロモバレリル尿素（$C_6H_{11}BrN_2O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は硫酸，硝酸又は塩酸に溶けるが，これに水を加えるとき，沈殿を生じる．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.2 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．この液に過量の希硫酸を加えて煮沸するとき，吉草酸のにおいを発する．

（2）　本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加え，徐々に加熱して完全に分解し，残留物を熱湯 5 mL に溶かし，冷後，酢酸（31）を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は臭化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　151 ～ 155 ℃

純度試験

（1）　液性　本品 1.5 g に水 30 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過するとき，液は中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉（1）のろ液 10 mL をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 %以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉（1）のろ液 10 mL をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.5 g をとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かした液を検液とし，試験を行う（4 ppm 以下）．

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．液の色は色の比較液 A より濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，80 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，300 mL の三角フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え，還流冷却器を付け，20 分間穏やかに煮沸する．冷後，水 30 mL を用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を洗い，洗液を三角フラスコの液と合わせ，硝酸 5 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

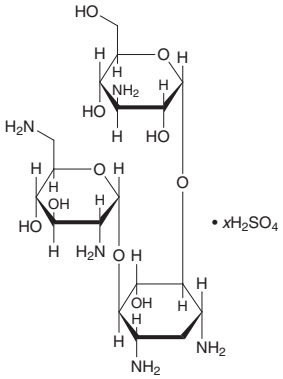
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 22.31 mg $C_6H_{11}BrN_2O_2$

貯　法　容　器　密閉容器．

ベカナマイシン硫酸塩

Bekanamycin Sulfate

硫酸ベカナマイシン



$C_{18}H_{37}N_5O_{10}$・xH_2SO_4

3−Amino−3−deoxy−α−D−glucopyranosyl−(1→6)−[2,6−diamino−2,6−dideoxy−α−D−glucopyranosyl−(1→4)]−2−deoxy−D−streptamine sulfate　［*70550−99−1*］

本品は，*Streptomyces kanamyceticus* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 680 ～ 770 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ベカナマイシン（$C_{18}H_{37}N_5O_{10}$：483.51）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 20 mg を pH 5.6 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液 2 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL を加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（2）　本品及びベカナマイシン硫酸塩標準品 30 mg ずつを水 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1−ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3）　本品の水溶液（1 → 5）に塩化バリウム試液 1 滴を

加えるとき，液は白濁する．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋102 ～ ＋116°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.50 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 60 mg を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH〈2.54〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

（iii） 標準溶液 ベカナマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

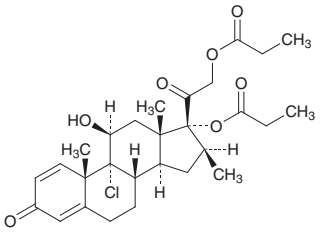
（iv） 試料溶液 本品 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 2.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル

Beclometasone Dipropionate

プロピオン酸ベクロメタゾン



$C_{28}H_{37}ClO_7$：521.04

9-Chloro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanonate ［*5534-09-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}ClO_7$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性 状 本品は白色～微黄色の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 208 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は初め帯黄色を呈し，徐々にだいだい色を経て暗赤褐色に変わる．この液に注意して水 10 mL を加えるとき，液は帯青緑色に変わり，綿状の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色～赤褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.02 g をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品をそれぞれエタノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉 〔α〕$^{20}_{D}$：＋88 ～ ＋94°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．

試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液（475：25：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品及びベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}ClO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベクロメタゾンプロピオン酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（3：2）

流量：ベクロメタゾンプロピオン酸エステルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

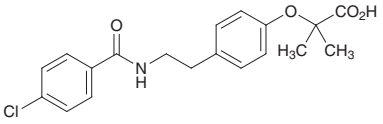
システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベクロメタゾンプロピオン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベクロメタゾンプロピオン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ベザフィブラート

Bezafibrate



$C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82

2-(4-{2-[(4-Chlorobenzoyl)amino]ethyl}phenoxy)-2-methylpropanoic acid

[*41859-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融 点〈*2.60*〉 181 ～ 186 ℃

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 3.0 g を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 15 mL に溶かし，水を加えて 60 mL とし，よく振り混ぜ 12 時間以上放置した後，ろ過し，ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 10 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.012 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 35 mL に溶かし，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノール 70 mL を加え，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベザフィブラートのピークに対する相対保持時間約 0.65 及び 1.86 のピークの面積はそれぞれ標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 1/2 より大きくなく，その他のピークの面積は標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 1/5 より大きくな

い．また，試料溶液のベザフィブラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 3/4 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 100）混液（9：4）

流量：ベザフィブラートの保持時間が約 6 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベザフィブラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 μL から得たベザフィブラートのピーク面積が標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 20 mg 及び 4-クロロ安息香酸 10 mg をメタノール 70 mL に溶かし，更に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とする．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-クロロ安息香酸，ベザフィブラートの順に溶出し，4-クロロ安息香酸とベザフィブラートの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベザフィブラートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，エタノール（99.5）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 36.18 mg $C_{19}H_{20}ClNO_4$

貯 法 容 器 気密容器．

ベザフィブラート徐放錠
Bezafibrate Sustained Release Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$：361.82）を含む．

製 法 本品は「ベザフィブラート」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベザフィブラート」0.1 g に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 1 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，1.5 時間後，2.5 時間後及び 8 時間後にそれぞれ溶出液 20 mL を正確にとり，直ちに 37±0.5 ℃ に加温した pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20 mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）約 13 μg を含む液となるように pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 66 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 228 nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定するとき，本品の 100 mg 錠の 1.5 時間，2.5 時間及び 8 時間後の溶出率はそれぞれ 15 ～ 45 %，35 ～ 65 % 及び 80 % 以上であり，200 mg 錠の 1.5 時間，2.5 時間及び 8 時間後の溶出率はそれぞれ 15 ～ 45 %，30 ～ 60 % 及び 75 % 以上である．

n 回目の溶出液採取時におけるベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の表示量に対する溶出率（%）（$n=1,2,3$）

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S：定量用ベザフィブラートの秤取量（mg）

C：1 錠中のベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 60 mL を加え，内標準溶液 10 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．次に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用ベザフィブラートを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノール 60 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次に薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 50）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベザフィブラート（$C_{19}H_{20}ClNO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用ベザフィブラートの秤取量（mg）

内標準溶液　4-ニトロフェノールのメタノール溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた酢酸（100）（1 → 100）混液（9：4）

流量：ベザフィブラートの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベザフィブラートの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

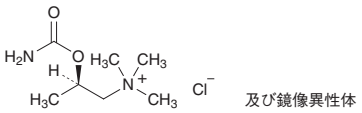
システムの再現性：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベザフィブラートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタネコール塩化物

Bethanechol Chloride

塩化ベタネコール



$C_7H_{17}ClN_2O_2$：196.68

(2*RS*)-2-Carbamoyloxy-*N*,*N*,*N*-trimethylpropylaminium chloride ［*590-63-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタネコール塩化物（$C_7H_{17}ClN_2O_2$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 40）2 mL に塩化コバルト（Ⅱ）六水和物溶液（1 → 100）0.1 mL を加え，更にヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき，液は緑色を呈し，この色は 10 分以内にほとんど退色する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にヨウ素試液 0.1 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じ，液は帯緑褐色を呈する．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　217 ～ 221 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 1.0 g を水 2.5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液（1 → 100）/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液（20：20：20：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 105 ℃ で 15 分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，30 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）2 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

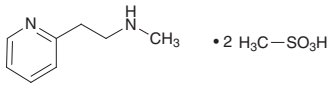
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.67 mg $C_7H_{17}ClN_2O_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタヒスチンメシル酸塩

Betahistine Mesilate

メシル酸ベタヒスチン



$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$：328.41

N-Methyl-2-pyridin-2-ylethylamine dimethanesulfonate ［*5638-76-6*，ベタヒスチン］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）98.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 30 mg に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよくかき混ぜ，徐々に加熱する．冷後，残留物を希塩酸 2 mL 及び水 10 mL に溶かし，必要ならばろ過し，ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

融　点〈2.60〉　110 ～ 114 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 5 mL 及び酢酸（100）20 mL に水を加え，1000 mL とする．この液 630 mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3 g を加えて溶かし，アセトニトリル 370 mL を加える．

流量：ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：メシル酸ベタヒスチン 10 mg 及び 2-ビニルピリジン 10 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）50 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉　1.0 % 以下（1 g，酸化リン（V），減圧，70 ℃，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）1 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 16.42 mg $C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$

貯 法 容　器　気密容器．

ベタヒスチンメシル酸塩錠

Betahistine Mesilate Tablets

メシル酸ベタヒスチン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$：328.41）を含む．

製　法　本品は「ベタヒスチンメシル酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液 5 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 259 ～ 263 nm に吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品 20 個以上をとり，粉末とする．表示量に従い「ベタヒスチンメシル酸塩」約 50 mg に対応する量をとり，水/アセトニトリル混液（63：37）10 mL を加え，10 分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベタヒスチンに対する相対保持時間約 1.9 のピーク面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 3/5 より大きくない．また，試料溶液のベタヒスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタヒスチンの保持時間の約 8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて正確に 50 mL とす

る．この液 20 μL から得たベタヒスチンのピーク面積が，標準溶液のベタヒスチンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：メシル酸ベタヒスチン 10 mg 及び 2-ビニルピリジン 10 mg を水/アセトニトリル混液（63：37）50 mL に溶かす．この液 2 mL を量り，水/アセトニトリル混液（63：37）を加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，2-ビニルピリジン，ベタヒスチンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，1 mL 中にベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 0.4 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液 V mL を正確に加え，錠剤が崩壊するまで約 10 分間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 250)$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 6.7 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン（V）を乾燥剤として 70 ℃ で 24 時間減圧乾燥し，その約 17 mg を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）
C：1 錠中のベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の表示量（mg）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を加え，10 分間超音波処理した後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用メシル酸ベタヒスチンを酸化リン（V）を乾燥剤として 70 ℃ で 24 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタヒスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベタヒスチンメシル酸塩（$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_4O_3S$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用メシル酸ベタヒスチンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン 5 mL 及び酢酸（100）20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 630 mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3 g を加えて溶かした後，アセトニトリル 370 mL を加える．

流量：ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタヒスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

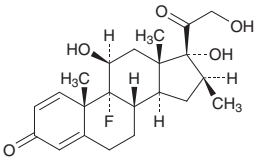
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器　気密容器．

ベタメタゾン

Betamethasone

ベタメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione ［*378-44-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）96.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 10 mg をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品 1.0 mg をエタノール（95）10 mL に溶かす．この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え，振り混ぜた後，60 ℃ の水浴中で 20 分間加熱する．冷後，この液につき，エタノール（95）2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベタメタゾン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びベタメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋118 ～ ＋126°（乾燥後，0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える（30 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 10 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（0.1 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びベタメタゾン標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 1750）．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾン錠

Betamethasone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 107.0 % に対応するベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$：392.46）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ベタメタゾン」2

mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物をメタノール 2 mL に溶かし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品 2 mg をメタノール 2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/無水酢酸混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 50 μg を含む液となるように水 V mL を加える．次に，その 50 μg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL につき，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 400)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 40000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 0.56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 5)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（3：2）

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，水 25 mL を加え，内標準溶液 50 mL を正確に加えた後，10 分間激しく振り混ぜる．この液を孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，水 5 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン（$C_{22}H_{29}FO_5$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 4)$

W_S：ベタメタゾン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

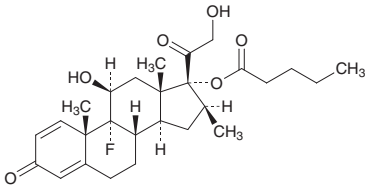
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル

Betamethasone Valerate

吉草酸ベタメタゾン



$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17-pentanoate ［*2152-44-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾン吉草酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+77 ～ +83°（乾燥後，0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避けて行う．本品 0.02 g をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液（9：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法　本品及びベタメタゾン吉草酸エステル標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸イソアミルのメタノール溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（7：3）

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩クリーム

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Cream

吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシンクリーム

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応

するベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58）及び表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2 mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL 及びヘキサン 20 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜ，静置する．下層 15 mL をとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル 1 mL を加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品 18 mg を酢酸エチル 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，酢酸エチル 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層 3 mL をとり，希水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びニンヒドリン試液 2 mL を加え，90 ～ 95 ℃ の水浴中で 10 分間加熱するとき，液は紫～暗紫色を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6 mg に対応する量をとり，水 15 mL を加え，水浴上で加温しながらよくかき混ぜて乳濁液とし，冷却した液の pH は，4.0 ～ 6.0 である．

純度試験　類縁物質　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」約 1 mg に対応する量をとり，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加える．これを 60 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，5 分間遠心分離し，液面の泡を除き，ろ過する．初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 150 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のそれぞれのピークの量は 3.5 % 以下である．また，ベタメタゾン吉草酸エステル以外のピークの合計は 7.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：45 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液（12：7：1）

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間の約 2.5 倍の範囲．ただし，製剤配合成分由来のピークは測定しない．

システム適合性

検出の確認：「ベタメタゾン吉草酸エステル」20 mg をメタノール/水混液（7：3）100 mL に溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．この液 2.5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 150 μL から得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 150 μL から得たベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 150 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，0.8 ～ 1.3 である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 150 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法

（1）　ベタメタゾン吉草酸エステル　本品の表示量に従いベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 10 mL を正確に加える．これを 60 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，5 分間遠心分離し，上澄液をろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾン 20 mg をメタノール 10 mL に溶かし，メタノール/水混液（7：3）を加えて 200 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 2.1 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3.5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（13：7）

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） ゲンタマイシン硫酸塩　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

（ii） 試料溶液　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」約 1 mg（力価）に対応する量を精密に量り，あらかじめ約 85 ℃ に加温した pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加えてよく振り混ぜて溶かす．冷後，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 250 mL とし，1 mL 中に 4 μg（力価）を含む高濃度試料溶液とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 1 μg（力価）を含むように調製し，低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾン吉草酸エステル・ゲンタマイシン硫酸塩軟膏

Betamethasone Valerate and Gentamicin Sulfate Ointment

吉草酸ベタメタゾン・硫酸ゲンタマイシン軟膏

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 110.0 % に対応するベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$：476.58）及び表示された力価の 90.0 ～ 115.0 % に対応するゲンタマイシン C_1（$C_{21}H_{43}N_5O_7$：477.60）を含む．

製　法　本品は「ベタメタゾン吉草酸エステル」及び「ゲンタマイシン硫酸塩」をとり，軟膏剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」1.2 mg に対応する量をとり，メタノール 20 mL 及びヘキサン 20 mL を加え，超音波処理して本品を分散させる．5 分間激しく振り混ぜ，5 分間遠心分離した後，15 分間氷冷して下層 15 mL をとり，水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する．残留物に酢酸エチル 1 mL を加えて超音波処理し，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品 18 mg を酢酸エチル 20 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチルを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧し，100 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2） 本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」2 mg（力価）に対応する量をとり，ヘキサン 20 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．下層 3 mL をとり，希水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びニンヒドリン試液 2 mL を加え，90 ～ 95 ℃ の水浴中で 10 分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する．

pH〈2.54〉　本品の表示量に従い「ベタメタゾン吉草酸エステル」6 mg に対応する量をとり，水 15 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水層を分取した液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

定 量 法

（1） ベタメタゾン吉草酸エステル　本品の表示量に従いベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）約 1 mg に対応する量を精密に量り，メタノール/水混液（7：3）10 mL を加え，更に内標準溶液 10 mL を正確に加える．これを 75 ℃ の水浴中で 5 分間加温した後，10 分間激しく振り混ぜる．この操作を 2 回行う．次に 15 分間氷冷した後，ろ過し，初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン吉草酸エステル標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノール/水混液（7：3）を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾン吉草酸エステル（$C_{27}H_{37}FO_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

W_S：ベタメタゾン吉草酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　プロピオン酸ベクロメタゾン 20 mg をメタノール 10 mL に溶かし，メタノール/水混液（7：3）を加えて 200 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 2.1 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3.5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（13：7）

流量：ベタメタゾン吉草酸エステルの保持時間が約 16 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾン吉草酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾン吉草酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） ゲンタマイシン硫酸塩　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌，基層用カンテン培地及び種層用カンテン培地，試験菌移植用カンテン培地及び標準溶液は，「ゲンタマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

（ii） 試料溶液　本品の表示量に従い「ゲンタマイシン硫酸塩」約 1 mg（力価）に対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，石油エーテル 50 mL を加え，更に pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を正確に加えて 10 分間振り混ぜる．下層液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 1 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

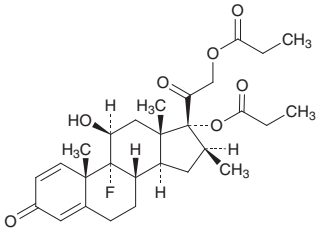
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル

Betamethasone Dipropionate

ジプロピオン酸ベタメタゾン



$C_{28}H_{37}FO_7$：504.59

9-Fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-dipropanonate ［*5593-20-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベタメタゾンジプロピオン酸エステル（$C_{28}H_{37}FO_7$）97.0 ～ 103.0 % を含み，またフッ素（F：19.00）3.4 ～ 4.1 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水又はヘキサンにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）1 mL にイソニアジド試液 4 mL を加え，水浴上で 2 分間加熱するとき，液は黄色を呈する．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（3 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+63 ～ +70°（乾燥後，50 mg，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 176 ～ 180 ℃

純度試験

（1） フッ化物　本品 0.10 g をとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）10.0 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，孔径 0.4 μm のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，更に水を加えて 20 mL とした後，1 時間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を加え，アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム（Ⅲ）試液混液（1：1：1）10 mL を加え，以下試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする，これらの液につき，薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液（1 → 20）5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 600 nm における試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない（0.012 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 10 mg をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（7：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.5 g，白金るつぼ）．

定 量 法

（1） ベタメタゾンジプロピオン酸エステル　本品を乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸

光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 239 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

ベタメタゾンジプロピオン酸エステル($C_{28}H_{37}FO_7$)の量 (mg)
$= (A / 312) \times 10000$

（2） フッ素　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．

貯　法

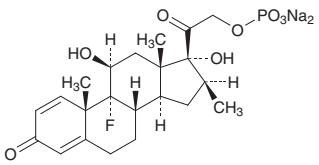
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム

Betamethasone Sodium Phosphate

リン酸ベタメタゾンナトリウム



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$：516.40

Disodium 9-fluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-phosphate ［*151-73-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，においはない．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

融点：約 213 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき，液は褐色を呈し，徐々に黒褐色に変わる．

（2） 本品 0.01 g をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により得た検液はフッ化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

（3） 本品 0.04 g を白金るつぼにとり，加熱して炭化する．冷後，硝酸 5 滴を加え，強熱し，灰化する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて数分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．試料溶液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（4） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+99 ～ +105°（脱水物に換算したもの 0.1 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ～ 9.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 遊離リン酸　本品約 20 mg を精密に量り，水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．別にリン酸標準液 4 mL を正確に量り，水 20 mL を加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに希硫酸 7 mL，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2 mL 及び硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 2 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，20 ±1 ℃ で 15 分間放置した後，それぞれに水を加えて正確に 50 mL とし，20±1 ℃ で 15 分間放置する．これらの液につき，水 20 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 730 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.5 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）
$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 10.32$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

（3） ベタメタゾン　本品 20 mg をとり，メタノール 2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品 20 mg をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に新たに調製した 1-ブタノール/水/無水酢酸混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

定 量 法　本品及びベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム（$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したベタメタゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量（mg）

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液（1 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.6 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.2 g 及びリン酸二水素カリウム 6.9 g を水 1000 mL に溶かした液にメタノール 1500 mL を加える．

流量：ベタメタゾンリン酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベタメタゾンリン酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

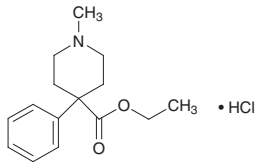
貯　法　容　　器　気密容器．

ペチジン塩酸塩

Pethidine Hydrochloride

塩酸ペチジン

オペリジン



$C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$：283.79

Ethyl 1-methyl-4-phenylpiperidine-4-carboxylate monohydrochloride ［*50-13-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2 \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又は酢酸（100）に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　187 ～ 189 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.20 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.240 % 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.05 g を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペチジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のペチジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペチジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たペチジンのピーク面積が，標準溶液のペチジンのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 2 mL 及びパラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液（1 → 50000）2 mL に移動相を加えて 10 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペチジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.38 mg $C_{15}H_{21}NO_2$・HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ペチジン塩酸塩注射液

Pethidine Hydrochloride Injection

塩酸ペチジン注射液

オペリジン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl：283.79）を含む．

製 法 本品は「ペチジン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性 状 本品は無色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：4.0 ～ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「ペチジン塩酸塩」0.1 g に対応する容量をとり，水を加えて 200 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 254 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ペチジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，更に移動相を加えて 50 mL とする．この液 5 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ペチジン塩酸塩（$C_{15}H_{21}NO_2$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸ペチジンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液（1 → 12500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）1000 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える．

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペチジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

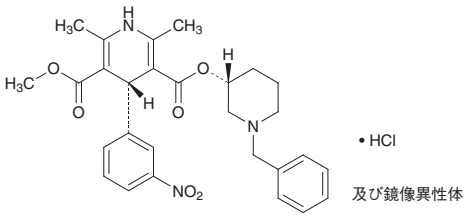
保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ベニジピン塩酸塩

Benidipine Hydrochloride

塩酸ベニジピン



$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl：542.02

3-[(3*RS*)-1-Benzylpiperidin-3-yl] 5-methyl (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride [*91599-74-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 200 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の

塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL にアンモニア試液 5 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 20 mg を水/メタノール混液（1：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 500 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.35 のビスベンジルピペリジルエステル体，約 0.75 の酸化体及びその他の類縁物質のピークの面積は標準溶液のベニジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のベニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積より大きくない．ただし，ビスベンジルピペリジルエステル体及び酸化体のピーク面積はそれぞれ感度係数 1.6 を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液（65：27：8）

流量：ベニジピンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベニジピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（1：1）を加え，正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベニジピンのピーク面積が，標準溶液のベニジピンのピーク面積の 18 ～ 32 % になることを確認する．

システムの性能：本品 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3.5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，ギ酸 10 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 54.20 mg $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

ベニジピン塩酸塩錠

Benidipine Hydrochloride Tablets

塩酸ベニジピン錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$：542.02）を含む．

製 法 本品は「ベニジピン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」10 mg に対応する量をとり，メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液 10 mL にメタノールを加えて 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 235 ～ 239 nm 及び 350 ～ 360 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 酸化体 本品をめのう製乳鉢を用いて粉末とし，表示量に従い「ベニジピン塩酸塩」20 mg に対応する量をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）約 80 mL を加えてよく振り混ぜた後，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピン 20 mg をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.75 の酸化体のピーク面積は，標準溶液のベニジピンのピーク面積の 1/2 より大きくない．ただし，酸化体のピーク面積は感度係数 1.6 を乗じた値とする．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たベニジピンのピーク面積が標準溶液のベニジピンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸ベニジピン 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンゾイン，ベニジピンの順に溶出し，その分

離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性 *〈6.02〉* 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）40 mL を加えて，崩壊するまで振り混ぜた後，表示量に従い 1 mL 中にベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）40 μg を含む液になるように薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に V mL とし，遠心分離する．上澄液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 1000)$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾインの水/メタノール混液（1：1）溶液（13 → 200000）

溶 出 性 *〈6.10〉* 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，2 mg 錠及び 4 mg 錠は 30 分後，8 mg 錠は 45 分後に，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）約 2.2 μg を含む液となるように溶出試験第 1 液を加えて正確に V' mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 1 液 5 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー *〈2.01〉* により試験を行い，それぞれの液のベニジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 2 mg 錠及び 4 mg 錠の 30 分間の溶出率は 80 % 以上，8 mg 錠の 45 分間の溶出率は 85 % 以上である．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）

C：1 錠中のベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（11：9）

流量：ベニジピンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，メノウ製乳鉢を用いて粉末とする．ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）約 8 mg に対応する量を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）約 150 mL を加えてよく振り混ぜた後，更に薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 200 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 20 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベニジピンを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，薄めたリン酸（1 → 500）/メタノール混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー *〈2.01〉* により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ベニジピン塩酸塩（$C_{28}H_{31}N_3O_6$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：定量用塩酸ベニジピンの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾインの水/メタノール混液（1：1）溶液（13 → 200000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液（65：27：8）

流量：ベニジピンの保持時間が約 20 分になるように調

整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ベニジピンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ヘパリンナトリウム

Heparin Sodium

本品は健康な食用獣の肝，肺又は腸粘膜から得たもので，血液の凝固を遅延する作用があり，肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上，腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含むものである．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，表示単位の 90 ～ 110 % を含む．

本品は原料に用いた器官名を表示する．

性　状　本品は白色～帯灰褐色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

pH 〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　バリウム　本品は 0.03 g を水 3.0 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3）　総窒素　本品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，窒素定量法 〈*1.08*〉 によって試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 3.0 % 以下である．

（4）　たん白質　（2）の試料溶液 1.0 mL にトリクロロ酢酸溶液（1 → 5）5 滴を加えるとき，液は沈殿又は混濁を生じない．

乾燥減量 〈*2.41*〉　10 % 以下（20 mg，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分 〈*2.44*〉　40 % 以下（乾燥後，20 mg）．

発熱性物質 〈*4.04*〉　ウサギの体重 1 kg につき，本品の表示単位に従い，1 mL 中 1000 単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液 2.0 mL を注射し，試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（i）　基質液　*N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル（γ-OR）-グリシル-L-アルギニル-*p*-ニトロアニリド塩酸塩 15 mg を水 20 mL に溶解する．

（ii）　アンチトロンビンⅢ液　ヒト由来アンチトロンビンⅢを水に溶かし，1 mL 中に 1 単位を含む液を調製する．

（iii）　活性化血液凝固Ⅹ因子液　ウシ由来活性化血液凝固Ⅹ因子を水に溶かし，1 mL 中に 0.426 単位を含む液を調製する．

（iv）　緩衝液　2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.06 g を水 750 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 8.4 に調整した後，水を加えて 1000 mL とする．

（v）　反応停止液　酢酸（100）20 mL に水を加え，40 mL とする．

（vi）　ヘパリン標準液　ヘパリンナトリウム標準品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に 10 単位を含む液を調製し，標準原液とする．標準原液 100 μL に緩衝液を加えて正確に 5 mL とし，標準溶液とする．次の表に従い，標準溶液にアンチトロンビンⅢ液，ヒト正常血漿及び緩衝液を加え，ヘパリン標準液（1），ヘパリン標準液（2），ヘパリン標準液（3），ヘパリン標準液（4）及びヘパリン標準液（5）を調製する．

ヘパリン標準液		緩衝液（μL）	アンチトロンビンⅢ液（μL）	ヒト正常血漿（μL）	標準溶液（μL）
No.	ヘパリン濃度（単位/mL）				
(1)	0	800	100	100	0
(2)	0.02	700	100	100	100
(3)	0.04	600	100	100	200
(4)	0.06	500	100	100	300
(5)	0.08	400	100	100	400

（vii）　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を調製する．この液 100 μL にアンチトロンビンⅢ液 100 μL，ヒト正常血漿 100 μL 及び緩衝液 700 μL を加え，試料溶液とする．

（viii）　操作法　試験管に試料溶液 400 μL を入れ，37 ℃ で 4 分間加温する．これに活性化血液凝固Ⅹ因子液 200 μL を加えてよく混和し，37 ℃ で正確に 30 秒間加温した後，あらかじめ 37 ℃ に加温した基質液 400 μL を加えてよく混和する．37 ℃ で正確に 3 分間加温した後，反応停止液 600 μL を加え，直ちに混和する．別に，試料溶液 400 μL に反応停止液 600 μL 及び水 600 μL を加えて混和したものを対照とし，波長 405 nm における吸光度を測定する．ヘパリン標準液（1），ヘパリン標準液（2），ヘパリン標準液（3），ヘパリン標準液（4）及びヘパリン標準液（5）につき，同様に操作して，波長 405 nm における吸光度を測定する．

（ix）　計算法　縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度 C を求め，次式により本品 1 mg 中のヘパリン単位を計算する．

本品 1 mg 中のヘパリン単位 $= C \times 10 \times (b / a)$

a：本品の秤取量（mg）

b：本品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を製したときの全容量（mL）

貯　法　容　　器　気密容器．

ヘパリンナトリウム注射液

Heparin Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヘパリン単位の 90 ～ 110 % を含む．

本品はその製造に用いた「ヘパリンナトリウム」の原料の器官名を表示する．

製　法　本品は「ヘパリンナトリウム」をとり，「生理食塩液」を加えて溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

pH 〈*2.54*〉　5.5 ～ 8.0

純度試験

（1）　バリウム　本品の表示単位に従い「ヘパリンナトリウム」3000 単位に対応する容量を正確に量り，水を加えて 3.0 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（2）　たん白質　「ヘパリンナトリウム」の純度試験（4）を準用する．

エンドトキシン 〈*4.01*〉　0.0030 EU/単位未満．

採取容量 〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物 〈*6.06*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子 〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌 〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　「ヘパリンナトリウム」の定量法を準用する．ただし，（vii）試料溶液及び（ix）計算法は次のとおりとする．

試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を正確に量り，その 1 mL 中に約 0.5 単位を含むように生理食塩液を加えて薄める．この液 100 μL にアンチトロンビンⅢ液 100 μL，ヒト正常血漿 100 μL 及び緩衝液 700 μL を加え，試料溶液とする．

計算法　縦軸に吸光度を，横軸にヘパリン標準液のヘパリン濃度をとり，各ヘパリン標準液の濃度に対応する吸光度をグラフ用紙にプロットし，検量線を作成する．この検量線を用いて，試料溶液の吸光度からヘパリン濃度 C を求め，次式により本品 1 mL 中のヘパリン単位を計算する．

本品 1 mL 中のヘパリン単位 $= C \times 10 \times (b / a)$

a：本品の秤取量（mL）

b：本品を生理食塩液に溶かし，1 mL 中に約 0.5 単位を含む液を製したときの全容量（mL）

貯　法

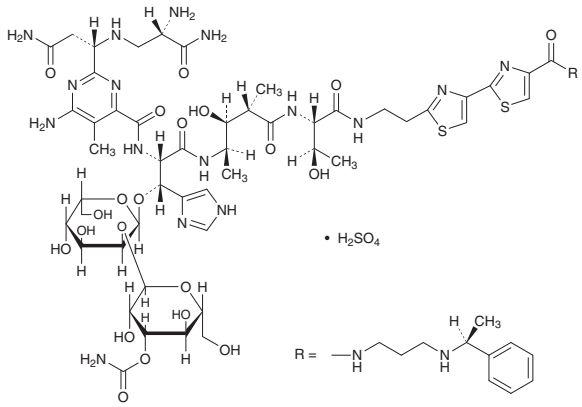
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．

ペプロマイシン硫酸塩

Peplomycin Sulfate

硫酸ペプロマイシン



$C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2 \cdot H_2SO_4$：1571.67

N^1-{3-[(1*S*)-(1-Phenylethyl)amino]propyl}bleomycinamide monosulfate　［*70384-29-1*］

本品は，*Streptomyces verticillus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 865 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ペプロマイシン（$C_{61}H_{88}N_{18}O_{21}S_2$：1473.59）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 4 mg を硫酸銅（Ⅱ）試液 5 μL 及び水に溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はペプロマイシン硫酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びペプロマイシン硫酸塩標準品 10 mg を量り，それぞれを水 6 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 125）0.5 mL ずつを加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得た主ピークの保持時間は標準溶液から得た主ピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相原液，移動相 A，移動相 B，移動相の送液及び流量は，純度試験（3）の試験条件を準用する．

（3）　本品の水溶液（1 → 200）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

旋 光 度 〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−2 ～ −5°（乾燥物に換算したもの 0.1 g，pH 5.3 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液，10 mL，100 mm）．

pH 〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 80 mg を水 4 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 銅 本品 75 mg を正確に量り，薄めた硝酸（1 → 100）10 mL に溶かし，試料溶液とする．別に銅標準原液 5.0 mL をとり，薄めた硝酸（1 → 100）を加えて正確に 100 mL とする．この液 3.0 mL を薄めた硝酸（1 → 100）に加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない（200 ppm 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8 nm

（3） 類縁物質 本品約 10 mg を水 6 mL に溶かし，硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 125）0.5 mL を加え，試料溶液とする．試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，硫酸銅のピークの後に溶出する各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりペプロマイシンのピーク以外のピークの量を求めるとき，その合計は 7.0 % 以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相原液：1–ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.96 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を水 1000 mL に溶かし，酢酸（100）5 mL を加えた後，アンモニア試液を加えて pH 4.3 に調整する．

移動相 A：移動相原液/メタノール混液（9：1）

移動相 B：移動相原液/メタノール混液（3：2）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 60	100 → 0	0 → 100
60 ～ 75	0	100

流量：毎分 1.2 mL

面積測定範囲：硫酸銅のピークの後からペプロマイシン溶出後 20 分の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たペプロマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たペプロマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペプロマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は 30000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：試料溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペプロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量 〈*2.41*〉 3.0 % 以下（60 mg，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行う）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Mycobacterium smegmatis* ATCC 607 を用いる．

（ii）基層用カンテン培地，種層用カンテン培地及び試験菌移植用カンテン培地 グリセリン 10.0 g，ペプトン 10.0 g，肉エキス 10.0 g，塩化ナトリウム 3.0 g，カンテン 15.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH は水酸化ナトリウム試液を加えて 6.9 ～ 7.1 とする．

（iii） 試験菌浮遊用液状培地 グリセリン 10.0 g，ペプトン 10.0 g，肉エキス 10.0 g，塩化ナトリウム 3.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH は水酸化ナトリウム試液を加えて 6.9 ～ 7.1 とする．

（iv） 種層カンテン培地の調製 試験菌を斜面とした試験菌移植用カンテン培地を用いて 27 ℃ で 40 ～ 48 時間培養する．この菌を試験菌浮遊用液状培地 100 mL に移植し，25 ～ 27 ℃ で 5 日間振とう培養し，試験菌液とする．試験菌液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．試験菌液 0.5 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（v） 円筒カンテン平板の調製 7．円筒カンテン平板の調製を準用する．ただし，ペトリ皿に加える基層用カンテン培地の量は 5.0 mL，また，種層カンテン培地の量は 8.0 mL とする．

（vi） 標準溶液 ペプロマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，15 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（vii） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.8 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4 μg（力価）及び 2 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

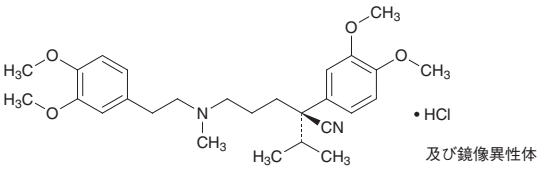
貯 法 容 器 気密容器．

ベラパミル塩酸塩

Verapamil Hydrochloride

塩酸イプロベラトリル

塩酸ベラパミル



$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06

(2*RS*)−5−[(3,4−Dimethoxyphenethyl)methylamino]−2−(3,4−dimethoxyphenyl)−2−(1−methylethyl)pentanenitrile monohydrochloride ［*152−11−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）又は無水酢酸にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 50）2 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉　141 ～ 145 ℃

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に加温して溶かし，冷却した液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．別に標準原液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した 2 枚の薄層板にスポットする．1 枚の薄層板はシクロヘキサン/ジエチルアミン混液（17：3）を展開溶媒として約 15 cm 展開し，風乾した後，110 ℃ で 1 時間乾燥する．冷却した後，塩化鉄（Ⅲ）・ヨウ素試液を均等に噴霧し，直ちに観察するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外の濃い方から 3 個のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．その他のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．残りの薄層板はトルエン/メタノール/アセトン/酢酸（100）混液（14：4：1：1）を展開溶媒として，同様に試験を行う．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 49.11 mg $C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ベラパミル塩酸塩錠

Verapamil Hydrochloride Tablets

塩酸ベラパミル錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl：491.06）を含む．

製　法　本品は「ベラパミル塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ベラパミル塩酸塩」0.2 g に対応する量をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中でときどき振り混ぜる．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした後，ろ過する．ろ液 3 mL にライネッケ塩試液数滴を加えるとき，淡紅色の沈殿を生じる．

（2）（1）のろ液 2 mL に 0.02 mol/L 塩酸試液を加え，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ～ 231 nm 及び 276 ～ 280 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中で 30 分間ときどき振り混ぜながら崩壊させた後，更に 5 分間抽出する．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とした後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 *V* mL を正確にとり，表示量に従い 1 mL 中にベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）約 40 mg を含む液となるように 0.02 mol/L 塩酸試液を加え，正確に

V' mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量（mg）

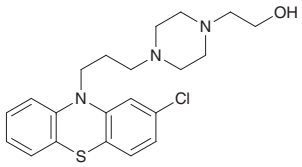
定 量 法　本品 10 個をとり，0.02 mol/L 塩酸試液 140 mL を加え，60 ℃ の水浴中で約 30 分間時々振り混ぜながら崩壊させた後，更に 5 分間抽出する．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とした後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除いた後，ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）約 4 mg に対応する容量のろ液を正確にとり，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸ベラパミルを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，0.02 mol/L 塩酸試液 70 mL を加え，60 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら溶かす．冷後，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この 4 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ベラパミル塩酸塩（$C_{27}H_{38}N_2O_4$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用塩酸ベラパミルの秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

ペルフェナジン
Perphenazine



$C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97
2-{4-[3-(2-Chloro-10*H*-phenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol　[*58-39-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．

（2）　本品 0.2 g をメタノール 2 mL に溶かし，この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加えて 4 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥したものの融点〈2.60〉は 237 ～ 244 ℃（分解）である．

（3）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液 10 mL に水 10 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はペルフェナジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈2.60〉　95 ～ 100 ℃

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は，直射日光を避け，遮光した容器を用い，窒素気流中で行う．本品 0.10 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/1 mol/L アンモニア試液混液（5：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），65 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 20.20 mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ペルフェナジン錠

Perphenazine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対するペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$：403.97）を含む．

製　法　本品は「ペルフェナジン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジン」25 mg に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 2 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「ペルフェナジン」の確認試験（1）を準用する．

（2）（1）のろ液 5 mL をとり，この液を 2,4,6-トリニトロフェノール酸の温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加え，以下「ペルフェナジン」の確認試験（2）を準用する．

（3）　定量法のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 309 ～ 313 nm に吸収の極大を示す．また，この液 10 mL にメタノール 30 mL を加えた液につき，吸収スペクトルを測定するとき，波長 256 ～ 260 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる．次にメタノール 70 mL を加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 x mL を正確に量り，1 mL 中にペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）約 4 μg を含む液となるようにメタノールを加え，正確に VmL とし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 25) \times (1 / x)$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 90 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かした後，溶出試験第 2 液を加えて正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 90 分間の溶出率は 70 % 以上である．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 70 mL を加え，よく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にペルフェナジン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 65 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 250 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジン（$C_{21}H_{26}ClN_3OS$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (2 / 5)$

W_S：ペルフェナジン標準品の秤取量（mg）

貯　法

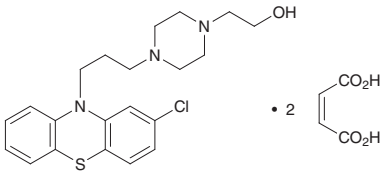
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩

Perphenazine Maleate

マレイン酸ペルフェナジン



$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11

2-{4-[3-(2-Chlorophenothiazin-10-yl)propyl]piperazin-1-yl}ethanol dimaleate　[*58-39-9*，ペルフェナジン]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）にやや溶けにくく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，クロロホルムにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 175 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 8 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤色を呈する．次にこの液を加温するとき，濃赤紫色となる．

（2） 本品 0.3 g を希塩酸 3 mL に溶かし，水 2 mL を加えた後，アンモニア水（28）3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（5）の試験に用いる〕．クロロホルム抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固する．残留物をメタノール 20 mL に溶かし，この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）10 mL に加えて 4 時間放置する．結晶をろ取し，少量のメタノールで洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 237 ～ 244 ℃（分解）である．

（3） 本品の水溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，この液 10 mL に水 30 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

（5） （2）の水層を蒸発乾固した後，残留物に希硫酸 1 mL 及び水 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は 128 ～ 136 ℃ である．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
　= 31.81 mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$

貯 法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

ペルフェナジンマレイン酸塩錠

Perphenazine Maleate Tablets

マレイン酸ペルフェナジン錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$：636.11）を含む．

製　法 本品は「ペルフェナジンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品は粉末とし，表示量に従い「ペルフェナジンマレイン酸塩」0.04 g に対応する量をとり，希塩酸 3 mL 及び水 30 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．上澄液をろ過し，ろ液にアンモニア水（28）3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は（4）の試験に用いる〕．全クロロホルム抽出液を合わせ，水 5 mL ずつで 2 回洗い，クロロホルム層を分取する．このクロロホルム抽出液 6 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物につき「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験（1）を準用する．

（2） （1）のクロロホルム抽出液 20 mL を水浴上で蒸発乾固し，残留物をメタノール 20 mL に溶かし，必要ならばろ過する．ろ液を加温し，これに 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液（1 → 25）5 mL を加えて 4 時間放置し，以下「ペルフェナジンマレイン酸塩」の確認試験（2）を準用する．

（3） 定量法のろ液 2 mL に水を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 253 ～ 257 nm 及び 303 ～ 313 nm に吸収の極大を示す．

（4） （1）の水層をとり，必要ならばろ過する．ろ液を約 5 mL となるまで蒸発し，希硫酸 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を硫酸試液 5 mL に溶かし，過マンガン酸カリウム試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えて崩壊させた後，メタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜ，更に水を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，1 mL 中にペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）約 6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 30 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL，メタノール 10 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 50)$$

W_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）約 40 mg に対応する量を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜた後，水を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 255 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ペルフェナジンマレイン酸塩（$C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用マレイン酸ペルフェナジンの秤取量（mg）

貯 法

保存条件　遮光して保存する．

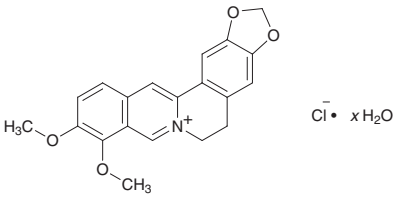
容　　器　気密容器．

ベルベリン塩化物水和物

Berberine Chloride Hydrate

塩化ベルベリン

ベルベリン塩化物



$C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot xH_2O$

9, 10-Dimethoxy-5, 6-dihydro[1, 3]dioxolo[4, 5-*g*]isoquino[3, 2-*a*]isoquinolin-7-ium chloride hydrate　[*633-65-8*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベルベリン塩化物（$C_{20}H_{18}ClNO_4$：371.81）95.0～ 102.0 % を含む．

性　状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味は極めて苦い．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベルベリン塩化物標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品 0.1 g に水 20 mL を加え，加温して溶かし，硝酸 0.5 mL を加えた後，冷却し，約 10 分間放置後ろ過する．ろ液 3 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，生じる沈殿をろ取する．この沈殿は希硝酸を加えても溶けないが，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 酸　本品 0.10 g に水 30 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき，液の黄色はだいだい色～赤色に変わる．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品 1.0 g に水 48 mL 及び希塩酸 2 mL を加え，1 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL，ブロモフェノールブルー試液 5 ～ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 4 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベルベリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベルベリンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約 2 倍の範囲

検出感度：標準溶液 10 μL から得たベルベリンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する．

水　分〈*2.48*〉　8～ 12 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にベルベリン塩化物標準品（別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 10 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のベルベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ベルベリン塩化物($C_{20}H_{18}ClNO_4$)の量(mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したベルベリン塩化物標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：345 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）1000 mL にリン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす．

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：塩化ベルベリン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを移動相に溶かして 10 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンザルコニウム塩化物

Benzalkonium Chloride

塩化ベンザルコニウム

本品は［$C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R$］Cl で示され，R は C_8H_{17} ～ $C_{18}H_{37}$ で，主として $C_{12}H_{25}$ 及び $C_{14}H_{29}$ からなる．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～黄白色の粉末又は無色～淡黄色のゼラチン状の小片，ゼリーようの流動体若しくは塊で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品 0.2 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2）　本品の水溶液（1 → 1000）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　石油エーテル可溶物　本品 3.0 g をとり，水を加えて 50 mL とした液にエタノール（99.5）50 mL を加える．0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール 50 mL ずつで 3 回洗い，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その残分は 1.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　15.0 % 以下（容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.15 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL = 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯　法　容　　器　気密容器．

濃ベンザルコニウム塩化物液 50

Benzalkonium Chloride Concentrated Solution 50

濃塩化ベンザルコニウム液 50

本品は［$C_6H_5CH_2N(CH_3)_2R$］Cl で示され，R は C_8H_{17} ～ $C_{18}H_{37}$ で，主として $C_{12}H_{25}$ 及び $C_{14}H_{29}$ からなるものの水溶液である．

本品は定量するとき，50.0 超 ～ 55.0 w/v% のベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）を含む．

性　状　本品は無色～淡黄色の液又はゼリーようの流動体で，特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品に水を加えた液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1）　本品 0.4 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL

及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 500）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとベンザルコニウム塩化物の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 50）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 石油エーテル可溶物 本品 6.0 g をとり，水を加えて 50 mL とした液にエタノール（99.5）50 mL を加える．0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，石油エーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する．石油エーテル抽出液を合わせ，希エタノール 50 mL ずつで 3 回洗い，無水硫酸ナトリウム 10 g を加えてよく振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，ろ紙を石油エーテル 10 mL ずつで 2 回洗う．水浴上で加熱して石油エーテルを留去し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その残分は 1.0 % 以下である．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯 法 容 器 気密容器．

ベンザルコニウム塩化物液

Benzalkonium Chloride Solution
塩化ベンザルコニウム液

本品は 50.0 w/v% 以下のベンザルコニウム塩化物を含む水溶液である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$：354.01 として）を含む．

製 法 本品は「ベンザルコニウム塩化物」をとり，「常水」又は「精製水」に溶かして製する．又は「濃ベンザルコニウム塩化物液 50」をとり，「常水」又は「精製水」で薄めて製する．

性 状 本品は無色～淡黄色澄明の液で，特異なにおいがある．
本品は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.2 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とする．この液 2 mL につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（2）を準用する．

（3） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（3）を準用する．

（4） 本品の表示量に従い「ベンザルコニウム塩化物」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL につき，「ベンザルコニウム塩化物」の確認試験（4）を準用する．

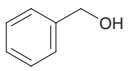
定 量 法 本品のベンザルコニウム塩化物（$C_{22}H_{40}ClN$ として）約 0.15 g に対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて 75 mL とし，以下「ベンザルコニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 7.080 mg $C_{22}H_{40}ClN$

貯 法 容 器 気密容器．

ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol



C_7H_8O：108.14
Benzyl alcohol ［*100-51-6*］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品は定量するとき，ベンジルアルコール（C_7H_8O）98.0 ～ 100.5 % を含む．

◆本品のうち，注射剤に用いるものについてはその旨表示する．◆

◆**性 状** 本品は無色澄明の油状の液である．
本品はエタノール（95），脂肪油又は精油と混和する．
本品は水にやや溶けやすい．
比重 d^{20}_{20}：1.043 ～ 1.049◆

◆**確認試験** 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の

液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．◆

屈 折 率 〈2.45〉 n_D^{20}：1.538 ～ 1.541

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 mL を水 60 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 10 mL に中和エタノール 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加える．これに，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） ベンズアルデヒド及び他の類縁物質 本品を試料溶液とする．別に，ベンズアルデヒド 0.750 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り，本品を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エチルベンゼン内標準溶液 2 mL 及びジシクロヘキシル内標準溶液 3 mL を正確に加え，本品を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（1）とする．試料溶液 0.1 μL 及び標準溶液（1）0.1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液より得られるクロマトグラム上に，エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない．標準溶液（1）0.1 μL を注入するとき，検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液（1）と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない（0.15 %）．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液（1）と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない（0.10 %）．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は，標準溶液（1）のエチルベンゼンのピーク面積の 4 倍より大きくない（0.04 %）．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液（1）のジシクロヘキシルのピーク面積より大きくない（0.3 %）．ただし，標準溶液（1）のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない．

なお，注射用に使用する，と表示するものについての操作法及び限度値は次のとおりとする．

本品を試料溶液とする．別に，ベンズアルデヒド 0.250 g 及びシクロヘキシルメタノール 0.500 g を正確に量り，本品を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，エチルベンゼン内標準溶液 2 mL とジシクロヘキシル内標準溶液 2 mL を正確に加え，本品を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液 0.1 μL 及び標準溶液（2）0.1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液より得られるクロマトグラム上に，エチルベンゼン及びジシクロヘキシルのピークは認められない．標準溶液（2）0.1 μL を注入するとき，検出器の感度はエチルベンゼンのピークの高さが記録計の 30 % 以下とする．試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積は，標準溶液（2）と試料溶液のベンズアルデヒドのピーク面積の差より大きくない（0.05 %）．試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積は，標準溶液（2）と試料溶液のシクロヘキシルメタノールのピーク面積の差より大きくない（0.10 %）．試料溶液のベンジルアルコールより早い保持時間のピークでベンズアルデヒド及びシクロヘキシルメタノールを除いたピークの合計面積は，標準溶液（2）のエチルベンゼンのピーク面積の 2 倍より大きくない（0.02 %）．試料溶液のベンジルアルコールより遅い保持時間のピークの合計面積は，標準溶液（2）のジシクロヘキシルのピーク面積より大きくない（0.2 %）．ただし，標準溶液（2）のエチルベンゼンのピーク面積の 100 分の 1 以下のピークは計算しない．

エチルベンゼン内標準溶液 エチルベンゼン 0.100 g を正確に量り，本品に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 20 mL とする．

ジシクロヘキシル内標準溶液 ジシクロヘキシル 2.000 g を正確に量り，本品に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，本品を加えて正確に 20 mL とする．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm，長さ 30 m のフューズドシリカ管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を厚さ 0.5 μm で被覆する．

カラム温度：毎分 5 ℃ で 50 ～ 220 ℃ まで昇温し，220 ℃ で 35 分間保持する．

注入口温度：200 ℃ 付近の一定温度

検出器温度：310 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：ベンジルアルコールの保持時間が 24 ～ 28 分になるように調整する．

スプリット比：スプリットレス

システム適合性

システムの性能：標準溶液（1）につき，上記の条件で操作を行い，ベンジルアルコールに対する相対保持時間を求めるとき，エチルベンゼンは約 0.28，ジシクロヘキシル約 0.59，ベンズアルデヒド約 0.68，シクロヘキシルメタノール約 0.71 である．かつ，ベンズアルデヒドとシクロヘキシルメタノールの分離度は 3.0 以上である．ただし，注射用に使用する，と表示するものについては標準溶液（2）を使用する．

（4） 過酸化物価 本品 5 g を 250 mL の共栓付き三角フラスコに量り，酢酸（100）/クロロホルム混液（3：2）30 mL に溶かす．この液にヨウ化カリウム飽和溶液 0.5 mL を加え，正確に 1 分間振り混ぜた後，水 30 mL を加える．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が淡黄色に変わるとき，デンプン試液 10 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．同様の方法で空試験を行い，次式により過酸化物価を計算するとき，その値は 5 以下である．

過酸化物価（mEq/kg）= $\{10 \times (V_1 - V_0)\} / W$

V_1：本試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量（mL）

V_0：空試験での 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液滴定量（mL）

W：本品の秤取量（g）

（5） 蒸発残留物　過酸化物価の試験に適合することを確認した後，試験する．本品 10.0 g を磁製若しくは石英製のるつぼ，又は白金製の皿にとり，200 ℃ を超え沸騰しないように注意しながらホットプレート上で蒸発乾固する．残留物をホットプレート上で 1 時間乾燥した後，デシケーター中で放冷するとき，その量は 5 mg 以下である．

定 量 法　本品約 0.9 g を精密に量り，ピリジン/無水酢酸混液（7：1）15.0 mL を正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，水 25 mL を加え，過量の酢酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 108.1 mg C_7H_8O

◆**貯　法**

保存条件　遮光して保存する．

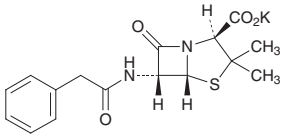
容　　器　気密容器．◆

ベンジルペニシリンカリウム

Benzylpenicillin Potassium

結晶ペニシリン G カリウム

ペニシリン G カリウム



$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$：372.48

Monopotassium

(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate　[*113-98-4*]

本品は，*Penicillium* 属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物のカリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 1430 ～ 1630 単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンカリウム（$C_{16}H_{17}KN_2O_4S$）としての量を単位で示し，その 1 単位はベンジルペニシリンカリウム 0.57 μg に対応する．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はベンジルペニシリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を示す．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+270 ～ +300°（乾燥物に換算したもの 1 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，磁製のるつぼを用い，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 40 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の個々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリン以外の個々のピーク面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液（33 → 5000）/アセトニトリル混液（19：6）にリン酸を加えて pH を 8.0 に調整する．

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約 7.5 分になるように調整する．

面積測定範囲：ベンジルペニシリンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たベンジルペニシリンのピーク面積が，標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になるこ

とを確認する．

システムの性能：本品 40 mg を水 20 mL に溶かす．別にパラオキシ安息香酸メチル 10 mg をアセトニトリル 20 mL に溶かす．この液 1 mL に水を加えて 20 mL とする．これらの溶液 1 mL ずつをとり，水を加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンジルペニシリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下（3 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 ***Staphylococcus aureus*** ATCC 6538 P を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）のiiiを用いる．

（iii） 標準溶液 ベンジルペニシリンカリウム標準品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，2 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

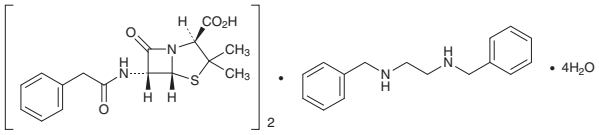
（iv） 試料溶液 本品約 40000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 単位及び 0.5 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ベンジルペニシリンベンザチン水和物

Benzylpenicillin Benzathine Hydrate

ベンジルペニシリンベンザチン



$(C_{16}H_{18}N_2O_4S)_2 \cdot C_{16}H_{20}N_2 \cdot 4H_2O$：981.18

(2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-Dimethyl-7-oxo-6-[(phenylacetyl)amino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid hemi(*N*,*N*′-dibenzylethylenediamine) dihydrate ［*41372-02-5*］

本品は，***Penicillium*** 属の培養によって得られる抗細菌活性を有するペニシリン系化合物の *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 1152 ～ 1272 単位を含む．ただし，本品の力価は，ベンジルペニシリンナトリウム（$C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$：356.37）としての量を単位で示し，その 1 単位はベンジルペニシリンナトリウム（$C_{16}H_{17}N_2NaO_4S$）0.6 μg に対応する．また，本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，*N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2$：240.34）24.0 ～ 27.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋217 ～ ＋233°（脱水物に換算したもの 0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 70 mg をメタノール 25 mL に溶かし，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のベンジルペニシリンに対する相対保持時間約 2.4 のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積の 2 倍より大きくない．また，試料溶液のベンジルペニシリン，*N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンに対する相対保持時間約 2.4 のピーク以外の個々のピークの面積は，標準溶液のベンジルペニシリン及び *N*,*N*′-ジベンジルエチレンジアミンのピークの合計面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（6：3：1）

移動相 B：メタノール/水/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（6：3：1）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	75	25
10 ～ 20	75 → 0	25 → 100
20 ～ 55	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベンジルペニシリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たベンジルペニシリンのピーク面積が標準溶液のベンジルペニシリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は 25 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 5.0 ～ 8.0 %（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1） ベンジルペニシリン　本品約 85000 単位に対応する量を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にベンジルペニシリンカリウム標準品約 85000 単位に対応する量及び二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン約 25 mg を精密に量り，メタノール 25 mL に溶かした後，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のベンジルペニシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ベンジルペニシリンナトリウムの量（単位）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ベンジルペニシリンカリウム標準品の秤取量（単位）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/Lリン酸二水素カリウム試液（11：7：2）

流量：ベンジルペニシリンの保持時間が約 18 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン，ベンジルペニシリンの順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン及びベンジルペニシリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である．

（2） *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン　（1）で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムの *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンに相当するピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

N,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times 100 \times 0.667$

W_S：二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

0.667：二酢酸 *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（$C_{16}H_{20}N_2 \cdot 2CH_3COOH$）から *N*,*N*′−ジベンジルエチレンジアミン（ベンザチン，$C_{16}H_{20}N_2$）への換算係数

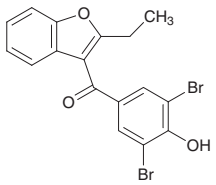
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンズブロマロン

Benzbromarone



$C_{17}H_{12}Br_2O_3$：424.08

3,5−Dibromo−4−hydroxyphenyl 2−ethylbenzo[*b*]furan−3−yl ketone ［*3562−84−3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンズブロマロン（$C_{17}H_{12}Br_2O_3$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉 149 ～ 153 ℃

純度試験

（1）硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g をアセトン 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL，アセトン 40 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.019 % 以下）．

（2）可溶性ハロゲン化物　本品 0.5 g をアセトン 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL，アセトン 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．

（3）重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）鉄〈*1.10*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5）類縁物質　本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/エタノール（99.5)/酢酸（100）混液（100：20：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，酸化リン（V），50 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チモールブルー・*N*,*N*-ジメチルホルムアミド試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 42.41 mg $C_{17}H_{12}Br_2O_3$

貯　法

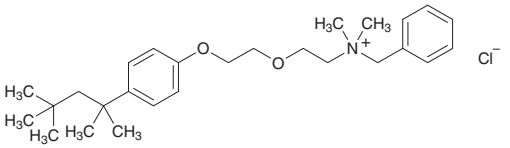
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ベンゼトニウム塩化物

Benzethonium Chloride

塩化ベンゼトニウム



$C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08

N-Benzyl-*N*,*N*-dimethyl-2-{2-[4-(1,1,3,3-tetramethylbutyl)phenoxy]ethoxy}ethylaminium chloride

［*121-54-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶で，においはない．

本品はエタノール（95）に極めて溶けやすく，水に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液は振ると強く泡立つ．

確認試験

（1） 本品 0.2 g を硫酸 1 mL に溶かし，硝酸ナトリウム 0.1 g を加えて水浴上で 5 分間加熱する．冷後，水 10 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え，5 分間加熱し，冷後，ろ過する．ろ液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．ただし，液の色は赤色である．

（2） 本品の水溶液（1 → 1000）2 mL にブロモフェノールブルー溶液（1 → 2000）0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL の混液を加えるとき，液は青色を呈し，これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，その青色はクロロホルム層に移る．このクロロホルム層を分取し，振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 → 1000）を滴加するとき，クロロホルム層は無色となる．

（3） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 5000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）1 mL にエタノール（95）2 mL，希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿は希硝酸を追加しても溶けないが，アンモニア試液を加えるとき，溶ける．

融　点〈*2.60*〉 158 ～ 164 ℃（乾燥後）．

純度試験　アンモニウム　本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 75 mL に溶かした後，薄めた希塩酸（1 → 2）を滴加して pH を 2.6 ～ 3.4 に調整し，メチルオレンジ試液 1 滴を加えて液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベンゼトニウム塩化物液
Benzethonium Chloride Solution
塩化ベンゼトニウム液

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$：448.08）を含む．

製　法　本品は「ベンゼトニウム塩化物」をとり，「常水」又は「精製水」に溶かして製する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはない．
本品は振ると強く泡立つ．

確認試験
（1）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.2 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（1）を準用する．
（2）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.01 g に対応する容量をとり，水を加えて 10 mL とする．この液 2 mL につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（2）を準用する．
（3）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸を加えて 500 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ～ 264 nm，268 ～ 270 nm 及び 274 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．
（4）　本品の表示量に従い「ベンゼトニウム塩化物」0.1 g に対応する容量をとり，必要ならば水を加え，又は水浴上で濃縮して 10 mL とする．この液 1 mL につき，「ベンゼトニウム塩化物」の確認試験（4）を準用する．

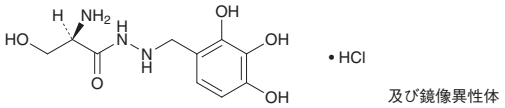
純度試験
（1）　亜硝酸塩　本品 1.0 mL をグリシン溶液（1 → 10）1 mL 及び酢酸（31）0.5 mL の混液に加えるとき，ガスを発生しない．
（2）　酸化性物質　本品 5 mL にヨウ化カリウム試液 0.5 mL 及び希塩酸 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は黄色を呈しない．

定 量 法　本品のベンゼトニウム塩化物（$C_{27}H_{42}ClNO_2$）約 0.2 g に対応する容量を正確に量り，必要ならば水を加えて 75 mL とし，以下「ベンゼトニウム塩化物」の定量法を準用する．

0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1 mL
= 8.962 mg $C_{27}H_{42}ClNO_2$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ベンセラジド塩酸塩
Benserazide Hydrochloride
塩酸ベンセラジド



$C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$：293.70
(2*RS*)−2−Amino−3−hydroxy−*N*′−(2, 3, 4−trihydroxybenzyl)propanoylhydrazide monohydrochloride ［*14919−77−8*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ベンセラジド塩酸塩（$C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である．
本品は水又はギ酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．
本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．
本品は吸湿性である．
本品は光によって徐々に着色する．
本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験
（1）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．
（3）　本品の水溶液（1 → 30）10 mL に硝酸銀試液を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．

純度試験
（1）　溶状　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 430 nm における吸光度は 0.10 以下である．
（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．
（3）　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL 及び 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次にギ酸の塩化ナトリウム試液溶液（1 → 1000）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに

炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧した後，風乾し，フォリン試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，標準溶液（1）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である．

水　分〈*2.48*〉 2.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．ただし，水分測定用メタノールの代わりにサリチル酸の水分測定用メタノール溶液（3 → 20）を用いる．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 29.37 mg $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$

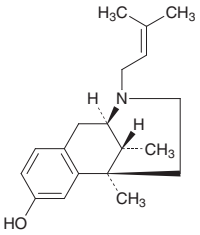
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ペンタゾシン

Pentazocine



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{27}NO$：285.42

(2*RS*,6*RS*,11*RS*)-6,11-Dimethyl-3-(3-methylbut-2-en-1-yl)-1,2,3,4,5,6-hexahydro-2,6-methano-3-benzoazocin-8-ol

[*359-83-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンタゾシン（$C_{19}H_{27}NO$）99.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 mg にホルムアルデヒド液・硫酸試液 0.5 mL を加えるとき，濃赤色を呈し，直ちに灰褐色に変わる．

（2） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液の色は淡黄色から濃黄色に変わる．更に硝酸 1 滴を加え，振り混ぜるとき，液は黄色を保つ．

（3） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈*2.24*〉 $E^{1\%}_{1cm}$（278 nm）：67.5 ～ 71.5（乾燥後，0.1 g，0.01 mol/L 塩酸試液，1000 mL）．

融　点〈*2.60*〉 150 ～ 158 ℃

純度試験

（1） 溶 状 本品 0.10 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）を用いる（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール/イソプロピルアミン混液（94：3：3）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（Ⅴ），60 ℃，5 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.54 mg $C_{19}H_{27}NO$

貯　法　容　　器　密閉容器．

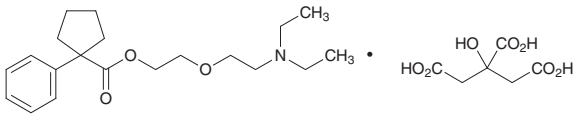
ペントキシベリンクエン酸塩

Pentoxyverine Citrate

クエン酸カルベタペンタン

クエン酸カルベタペンテン

クエン酸ペントキシベリン



$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$：525.59

2-[2-(Diethylamino)ethoxy]ethyl 1-phenylcyclopentanecarboxylate monocitrate

[*23142-01-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ペントキシベリンクエン酸塩（$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 10 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）を呈する．

融　点〈2.60〉　92 ～ 95 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.20 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちにクロロホルム/メタノール/酢酸エチル/アンモニア水（28）混液（25：10：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，無水酢酸 30 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 52.56 mg $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯 法 容　器　密閉容器．

ベントナイト

Bentonite

本品は天然に産するコロイド性含水ケイ酸アルミニウムである．

性　状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末で，においはなく，味はわずかに土ようである．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水に入れると膨潤する．

確認試験

（1）　本品 0.5 g に薄めた硫酸（1 → 3）3 mL を加え，白煙が発生するまで加熱し，冷後，水 20 mL を加えてろ過し，ろ液 5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき，白色ゲル状の沈殿を生じる．これにアリザリンレッド S 試液 5 滴を加えるとき，赤色に変わる．

（2）（1）の残留物を水で洗い，メチレンブルー溶液（1 → 10000）2 mL を加え，次に水で洗うとき，残留物は青色を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g に水 50 mL を加え，振り混ぜて懸濁した液の pH は 9.0 ～ 10.5 である．

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 1.5 g に水 80 mL 及び塩酸 5 mL を加え，20 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸し，冷後，遠心分離し，上澄液をとり，沈殿を水 10 mL ずつで 2 回洗い，毎回遠心分離し，上澄液及び洗液を合わせ，アンモニア水（28）を滴加し，沈殿がわずかに生じたとき，強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす．この液に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.45 g を加えて加熱し，冷後，酢酸ナトリウム三水和物 0.45 g，希酢酸 6 mL 及び水を加えて 150 mL とする．この液 50 mL をとり，これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.15 g，酢酸ナトリウム三水和物 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，速やかに冷却した後，遠心分離する．残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，遠心分離する．更に水 10 mL を加え，同様に操作し，全抽出液を合わせ，水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　異物　本品 2.0 g を乳鉢に入れ，水 20 mL を加えて膨潤させ，乳棒で均等に分散させた後，水を加えて 100 mL とする．この分散液を 200 号（75 μm）ふるいを通し，水で洗い，ふるい目の上を指でこするとき，砂を感じない．

乾燥減量〈2.41〉　5.0 ～ 10.0 %（2 g，105 ℃，2 時間）．

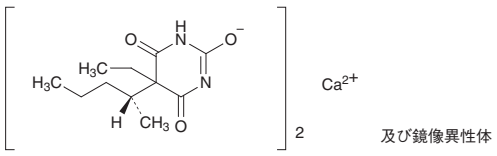
ゲル形成力　本品 6.0 g を酸化マグネシウム 0.30 g と混ぜ，水 200 mL を入れた 500 mL の共栓シリンダーに数回に分けて加え，1 時間揺り動かし，その懸濁液 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに移し，24 時間放置するとき，上層に分離する澄明液は 2 mL 以下である．

膨 潤 力　本品 2.0 g をとり，水 100 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーに 10 回に分けて加える．ただし，先に加えた試料がほとんど沈着した後，次の試料を加える．これを 24 時間放置するとき，器底の塊の見かけの容積は 20 mL の目盛り以上である．

貯 法 容　器　密閉容器．

ペントバルビタールカルシウム

Pentobarbital Calcium



$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$：490.61

Monocalcium bis{5-ethyl-5-[(1*RS*)-1-methylbutyl]-4,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrimidin-2-olate}

［*76-74-4*，ペントバルビタール］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ペントバルビタールカルシウム（$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 g にエタノール（95）5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，振り混ぜながら加温して溶かし，更に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜた後，放冷し，ろ過する．ろ液にメチルレッド試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに黄色を呈するまで加えるとき，この液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1），（2）及び（3）を呈する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g にエタノール（95）5 mL 及び希硝酸 2.5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 15 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にエタノール（95）1.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.035 % 以下）．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g にエタノール（95）5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし，冷後，水を加えて 80 mL とし，更によく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液はエタノール（95）2.5 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 30 mL とする．次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し，鉛標準液 2.0 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 10 mg を水 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のペントバルビタール以外のピークの面積は，いずれも標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，それらのピークの合計面積は，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペントバルビタールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たペントバルビタールのピーク面積が，標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の 5 ～ 15 % になることを確認する．

システムの性能：定量法のシステムの性能を準用する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペントバルビタールのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法　本品約 20 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL を量り，水を加えて 20 mL とする．この液 2 mL を量り，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にペントバルビタール標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 18 mg を精密に量り，アセトニトリル 10 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，水を加えて 50 mL とする．この液 5 mL を量り，水を加えて 20 mL とする．この液 2 mL を量り，水を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ペントバルビタールカルシウム（$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0841$

W_S：ペントバルビタール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピル 0.2 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし，薄めたリン酸（1 → 10）を加えて pH を

4.0 に調整する．この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える．

流量：ペントバルビタールの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ペントバルビタール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

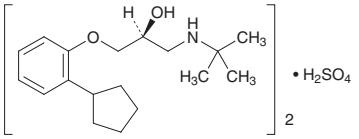
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ペンブトロール硫酸塩

Penbutolol Sulfate

硫酸ペンブトロール



$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$：680.94

(2*S*)−3−(2−Cyclopentylphenoxy)−1−(1,1−dimethylethyl)aminopropan−2−ol hemisulfate

［*38363−32−5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ペンブトロール硫酸塩〔$(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$〕98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.1 g に水 25 mL を加え，加温して溶かす．冷後，この液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−23 ～ −25°（乾燥後，0.2 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　213 ～ 217 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.8 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2−プロパノール/エタノール(95)/アンモニア水（28）混液（85：12：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 68.09 mg $(C_{18}H_{29}NO_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

ホウ酸

Boric Acid

H_3BO_3：61.83

本品を乾燥したものは定量するとき，ホウ酸（H_3BO_3）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．

本品は温湯，熱エタノール（95）又はグリセリンに溶けやすく，水又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.1 である．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 25 mL 又は熱エタノール（95）10 mL に溶かすとき，いずれも液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（2 g，シリカゲル，5 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 1.5 g を精密に量り，D−ソルビトール 15 g 及び水 50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指

示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴).

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 61.83 mg H_3BO_3

貯　法　容　　器　密閉容器.

ホウ砂
Sodium Borate

$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$：381.37

本品は定量するとき，ホウ砂（$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$）99.0 ～ 103.0 % を含む.

性　状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，わずかに特異な塩味がある.

本品はグリセリンに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は乾燥空気中に放置するとき，風解し，白色の粉末で覆われる.

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及びホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 9.1 ～ 9.6 である.

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に加え，わずかに加温して溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　炭酸塩又は炭酸水素塩　本品を粉末とし，その 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし，希塩酸 3 mL を加えるとき，泡立たない.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.5 g に水 25 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 7 mL を加えて溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，液がわずかに赤色を呈するまでアンモニア試液を加えた後，再び無色となるまで希酢酸を滴加し，更に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下).

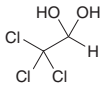
（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下).

定 量 法　本品約 2 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，0.5 mol/L 塩酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴).

0.5 mol/L 塩酸 1 mL ＝ 95.34 mg $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器.

抱水クロラール
Chloral Hydrate



$C_2H_3Cl_3O_2$：165.40

2, 2, 2-Trichloroethane-1, 1-diol　［*302-17-0*］

本品は定量するとき，抱水クロラール（$C_2H_3Cl_3O_2$）99.5 % 以上を含む.

性　状　本品は無色の結晶で，刺激性のにおいがあり，味は刺激性でやや苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすい.

本品は空気中で徐々に揮散する.

確認試験

（1）　本品 0.2 g を水 2 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき，液は混濁し，加温するとき，澄明の二液層となる.

（2）　本品 0.2 g にアニリン 3 滴及び水酸化ナトリウム試液 3 滴を加えて加熱するとき，フェニルイソシアニド（有毒）の不快なにおいを発する.

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸　本品 0.20 g を水 2 mL に溶かし，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は黄色である.

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下).

（4）　クロラールアルコラート　本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて加温し，上層液をろ過し，ろ液が黄色を呈するまでヨウ素試液を加え，1 時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない.

（5）　ベンゼン　（1）の液に水 3 mL を加えて加温するとき，ベンゼンのにおいを発しない.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g).

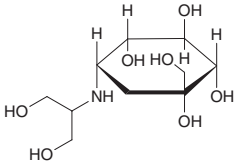
定 量 法　本品約 4 g を共栓フラスコに精密に量り，水 10 mL 及び正確に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を加え，正確に 2 分間放置し，過量の水酸化ナトリウムを直ちに 0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴)．同様の方法で空試験を行う.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 165.4 mg $C_2H_3Cl_3O_2$

貯　法　容　　器　気密容器.

ボグリボース

Voglibose



$C_{10}H_{21}NO_7$：267.28

3, 4-Dideoxy-4-[2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethylamino]-2-*C*-(hydroxymethyl)-D-*epi*-inositol ［*83480-29-9*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）99.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（3 → 70）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二組の二重線シグナル A，δ 2.1 ppm 付近に二組の二重線シグナル B，δ 2.9 ppm 付近に多重線のシグナル C，δ 3.4 ～ 3.9 ppm に多重線のシグナル D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 1：1：1：10 である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋45 ～ ＋48°（脱水物に換算したもの 0.2 g，0.1 mol/L 塩酸試液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 9.8 ～ 10.4 である．

融　点〈*2.60*〉　163 ～ 168 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．ただし，検液は希酢酸の代わりに希塩酸を加えて pH を 3.0 ～ 3.5 に調整する．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のボグリボース以外のピークの合計面積は，標準溶液のボグリボースのピーク面積の 1/5 以下である．ただし，ボグリボースに対する相対保持時間約 1.7，約 2.0 及び約 2.3 のピーク面積は，感度係数 2，2 及び 2.5 をそれぞれ乗じた値とする．

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器及び記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計（励起波長：350 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用ペンタエチレンヘキサアミノ化ポリビニルアルコールポリマービーズを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm，長さ 20 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径 0.3 mm，長さ 2 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g に水を加えて 500 mL とした液にリン酸一水素ナトリウム十二水和物 3.58 g に水を加え，500 mL とした液を加えて，pH 6.5 に調整する．この液 370 mL にアセトニトリル 630 mL を加える．

反応液：タウリン 6.25 g 及び過ヨウ素酸ナトリウム 2.56 g を水に溶かし，1000 mL とする．

反応温度：100 ℃ 付近の一定温度

冷却温度：15 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約 20 分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

面積測定範囲：溶媒のピークの後からボグリボースの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 50 μL から得たボグリボースのピーク面積が標準溶液のボグリボースのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ボグリボースのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 7000 段以上，0.8 ～ 1.2 である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　0.2 % 以下（0.5 g，電量滴定法）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 26.73 mg $C_{10}H_{21}NO_7$

貯　法　容　　器　気密容器．

ボグリボース錠
Voglibose Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$：267.28）を含む．

製　法　本品は「ボグリボース」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「ボグリボース」5 mg に対応する量をとり，水 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液をカラム（100 ～ 200 μm のカラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂（H 型）1.0 mL を内径 8 mm，高さ 130 mm のクロマトグラフィー管に注入して調製したもの）に入れ，1 分間約 5 mL の速度で流出する．次に水 200 mL を用いてカラムを洗った後，薄めたアンモニア試液（1 → 4）10 mL を用いて 1 分間約 5 mL の速度で流出する．この流出液を孔径 0.22 μm 以下のメンブランフィルターで 2 回ろ過する．ろ液を減圧で 50 ℃ にして蒸発乾固し，残留物を水/メタノール混液（1：1）0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に定量用ボグリボース 20 mg を水/メタノール混液（1：1）2 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン/アンモニア水（28）/水混液（5：3：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは黄褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い 1 mL 中にボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）約 40 μg を含む液になるように移動相 V mL を正確に加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，遠心分離する．上澄液をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 500)$

W_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個をとり，移動相 80 mL を加え，振り混ぜて完全に崩壊させた後，表示量に従いボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）約 4 mg に対する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 1 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ボグリボース（別途「ボグリボース」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のボグリボースのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ボグリボース（$C_{10}H_{21}NO_7$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 500)$

W_S：脱水物に換算した定量用ボグリボースの秤取量（mg）

試験条件

装置：移動相及び反応試液送液用の二つのポンプ，試料導入部，カラム，反応コイル，冷却コイル，検出器並びに記録装置よりなり，反応コイル及び冷却コイルは恒温に保たれるものを用いる．

検出器：蛍光光度計（励起波長：350 nm，蛍光波長：430 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に，5 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm，長さ 20 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

冷却コイル：内径 0.3 mm，長さ 2 m のポリテトラフルオロエチレンチューブ

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g に水を加えて 500 mL とした液に，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58 g に水を加えて 500 mL とした液を加えて pH 6.5 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 600 mL を加える．

反応液：タウリン 6.25 g 及び過ヨウ素酸ナトリウム 2.56 g を水に溶かし，1000 mL とする．

反応温度：100 ℃ 付近の一定温度

冷却温度：15 ℃ 付近の一定温度

移動相流量：ボグリボースの保持時間が約 20 分になるように調整する．

反応液流量：移動相の流量に同じ

システム適合性

システムの性能：定量用ボグリボース 2 mg 及び乳糖一水和物 0.2 g を水 5 mL に溶かした後，移動相を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，乳糖，ボグリボースの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

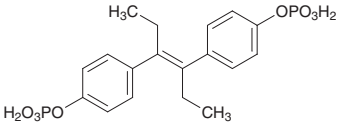
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ボグリボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスフェストロール

Fosfestrol

リン酸ジエチルスチルベストロール



$C_{18}H_{22}O_8P_2$：428.31

(*E*)−4,4′−

(Hex−3−ene−3,4−diyl)bis(phenyl dihydrogen phosphate)

［*522−40−7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けやすく，ホルムアミドにやや溶けやすく，水に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 234 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 15 mg を硫酸 1 mL に溶かすとき，液は黄色〜だいだい色を呈し，これに水 10 mL を加えるとき，退色する．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はホスフェストロール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品 0.4 g をるつぼにとり，これに硫酸 0.1 mL を加えて潤し，加熱して炭化する．残留物に水 10 mL を加えてよくかき混ぜた後，ろ過する．ろ液に硝酸 0.1 mL を加え，水浴中で 15 分間加熱した液はリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.10 g を水 30 mL に溶かした液の pH は 1.0 〜 2.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 15 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.10 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に希硝酸 6 mL，エタノール（95）30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.248 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 5）を用いる（2 ppm 以下）．

（5）　遊離リン酸　本品約 0.4 g を精密に量り，水/ホルムアミド混液（1：1）に溶かし，正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別にリン酸二水素カリウムをデシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥し，その 0.112 g を正確に量り，薄めた硫酸（1 → 10）10 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ホルムアミド 100 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1−アミノ−2−ナフトール−4−スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水/ホルムアミド混液（1：1）10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 0.2 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の量（%）

$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 80.65$

W：本品の秤取量（mg）

（6）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホスフェストロール以外のピークの合計面積は，標準溶液のホスフェストロールのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液（1 → 500）/アセトニトリル/テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液混液（70：30：1）

流量：ホスフェストロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：本品 0.02 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 8 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ホスフェストロールの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 10 μL から得たホスフェストロールのピーク高さが 5 〜 15 mm になるように調整する．

面積測定範囲：ホスフェストロールの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水 60 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定

〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1mL = 10.71 mg $C_{18}H_{22}O_8P_2$

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスフェストロール錠

Fosfestrol Tablets

リン酸ジエチルスチルベストロール錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$：428.31）を含む．

製　法　本品は「ホスフェストロール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ホスフェストロール」0.5 g に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えてよく振り混ぜ，ろ過する．ろ液にジエチルエーテル 100 mL を加えて抽出し，ジエチルエーテル抽出液を注意して水浴上で蒸発乾固する．残留物 15 mg につき，「ホスフェストロール」の確認試験（1）を準用する．

（2）　（1）の残留物 0.01 g を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2970 cm^{-1}，1605 cm^{-1}，1505 cm^{-1}，1207 cm^{-1} 及び 1006 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 20 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にホスフェストロール標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 250）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 20 分間の溶出率は 80 % 以上である．

ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$

W_S：ホスフェストロール標準品の秤取量（mg）

C：1錠中のホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）約 1 g に対応する量を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）100 mL を加え，よく振り混ぜ，水を加えて正確に 500 mL とし，ろ過する．初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）30 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする．別にホスフェストロール標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 125）10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ホスフェストロール（$C_{18}H_{22}O_8P_2$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (25 / 2)$

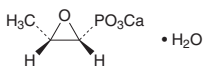
W_S：ホスフェストロール標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスホマイシンカルシウム水和物

Fosfomycin Calcium Hydrate

ホスホマイシンカルシウム



$C_3H_5CaO_4P \cdot H_2O$：194.14

Monocalcium (2*R*,3*S*)-3-methyloxiran-2-ylphosphonate monohydrate ［*26016-98-8*］

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 725 ～ 805 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 300）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^1H を測定するとき，δ 1.5 ppm 付近に二重線のシグナルを示し，δ 2.9 ppm 付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ 3.3 ppm 付近に多重線のシグナルを示し，δ 1.4 ppm 付近にシグナルを認めない．

（3）　本品の水溶液（1 → 500）はカルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－2.5 ～ －5.4°（脱水物に換算したもの 0.5 g，pH 8.5 の 0.4 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液，10 mL，100 mm）．

リン含量　本品約 0.1 g を精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液（107 → 10000）40 mL 及び過塩素酸 2 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム試液 1 mL を加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，水を加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約 70 mg を精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を 20±1 ℃ で 30 分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 740 nm における吸光度 A_T，A_S，及び A_B を測定するとき，リンの量は 15.2 ～ 16.7 % である．

リン（P）の量（mg）
$= W \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 0.22760$

W：リン酸二水素カリウムの秤取量（mg）

カルシウム含量　本品約 0.2 g を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 4 mL を加え，試料が完全に溶けるまで振り混ぜる．次に水 100 mL，水酸化ナトリウム試液 9 mL 及びメチルチモールブルー・塩化ナトリウム指示薬 0.1 g を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，カルシウムの量は 19.6 ～ 21.7 % である．ただし，滴定の終点は，さえた青色から灰色又は灰紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.004 mg Ca

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に 0.25 mol/L の酢酸試液 40 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　12.0 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液（2：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Proteus* sp.（MB 838）を用いる．

（ii）　培地　ペプトン 5.0 g，肉エキス 3.0 g，酵母エキス 2.0 g，カンテン 15 g 及び水 1000 mL を混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii）　種層カンテン培地　試験菌を 37 ℃ で 40 ～ 48 時間，試験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地 300 mL の表面に接種し，37 ℃ で 40 ～ 48 時間培養した後，発育した菌を水約 30 mL に懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で 10 倍に希釈した試験菌液の波長 560 nm における透過率が 17 % になる量とする．試験菌液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．試験菌液 1.0 ～ 2.0 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

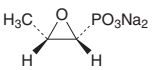
（iv）　標準溶液　ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

ホスホマイシンナトリウム

Fosfomycin Sodium



$C_3H_5Na_2O_4P$：182.02
Disodium（2*R*,3*S*）-3-methyloxiran-2-ylphosphonate
［*26016-99-9*］

本品は，*Streptomyces fradiae* の培養又は合成によって得られる抗細菌活性を有する化合物のナトリウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 725 ～ 770 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 300）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，

δ 1.5 ppm 付近に二重線のシグナルを示し，δ 2.8 ppm 付近に二重の二重線のシグナルを示し，δ 3.3 ppm 付近に多重線のシグナルを示し，δ 1.3 ppm 付近にシグナルを認めない．

（3） 本品の水溶液（1 → 500）はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−3.5 ～ −5.5°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.70 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.5 ～ 10.5 である．

リン含量 本品約 0.1 g を精密に量り，過ヨウ素酸ナトリウム溶液（107 → 10000）40 mL 及び過塩素酸 2 mL を加え，水浴中で 1 時間加熱する．冷後，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム試液 1 mL を加える．この液が無色になるまでチオ硫酸ナトリウム試液を加え，更に水を加えて正確に 100 mL とし，試料原液とする．別にリン酸二水素カリウム約 70 mg を精密に量り，試料原液と同様に操作し，標準原液とする．更に本品を用いないで試料原液と同様に操作し，空試験原液とする．試料原液，標準原液及び空試験原液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．これらの液を 20±1 ℃ で 30 分間放置した後，それぞれの液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 740 nm における吸光度 A_T，A_S，及び A_B を測定するとき，リンの量は 16.2 ～ 17.9 % である．

リン（P）の量（mg）

$$= W \times \{(A_T - A_B) / (A_S - A_B)\} \times 0.22760$$

W：リン酸二水素カリウムの秤取量（mg）

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Proteus* sp.（MB 838）を用いる．

（ii） 培地 ペプトン 5.0 g，肉エキス 3.0 g，酵母エキス 2.0 g，カンテン 15 g 及び水 1000 mL を混和して滅菌し，基層用及び種層用カンテン培地とする．ただし，滅菌後の pH は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii） 種層カンテン培地 試験菌を 37 ℃ で 40 ～ 48 時間，試験菌移植用カンテン培地で調製した斜面培地で培養し，少なくとも 3 回継代培養する．生育した菌をルー瓶に入れた試験菌移植用カンテン培地 300 mL の表面に接種し，37 ℃ で 40 ～ 48 時間培養した後，発育した菌を水約 30 mL に懸濁する．この液に水を加えて試験菌液とする．加える水の量は，水で 10 倍に希釈した試験菌液の波長 560 nm における透過率が 17 % になる量とする．試験菌液は 10 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．試験菌液 1.0 ～ 2.0 mL を，48 ℃ に保った種層用カンテン培地 100 mL に加え，十分に混合し，種層カンテン培地とする．

（iv） 標準溶液 ホスホマイシンフェネチルアンモニウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（v） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 密封容器．

注射用ホスホマイシンナトリウム
Fosfomycin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の 90.0 ～ 110.0 % に対応するホスホマイシン（$C_3H_7O_4P$：138.06）を含む．

製法 本品は「ホスホマイシンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験

（1） 本品約 0.1 g を過塩素酸溶液（1 → 4）3 mL に溶かし，0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 1 mL を加え，水浴中 60 ℃ で 30 分間加温する．冷後，水 50 mL を加え，炭酸水素ナトリウム飽和溶液を加えて中和する．この液にヨウ化カリウム試液 1 mL を加えるとき，空試験では赤色を呈するが，本試験においては赤色を呈しない．

（2） 本品の水溶液（1 → 250）2 mL に過塩素酸 1 mL および 0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 2 mL を加え，水浴中で 10 分間加熱する．冷後，モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 1 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて 30 分間放置するとき，液は青色を呈する．

（3） 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」0.1 g（力価）に対応する量を水 50 mL に溶かした液につき，「ホスホマイシンナトリウム」の確認試験（3）を準用する．

pH〈2.54〉 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」1.0 g（力価）に対応する量を水 10 mL に溶かすと

き，液は無色澄明である．

水　分〈*2.48*〉　4.0 % 以下（25 mg，容量滴定法，直接滴定）．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.025 EU/mg（力価）未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第 2 法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第 1 法により試験を行うとき，適合する．

無　菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌，培地，種層カンテン培地及び標準溶液は「ホスホマイシンナトリウム」の定量法を準用する．

（ⅱ）　試料溶液　本品 10 個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．表示量に従い「ホスホマイシンナトリウム」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 7.0 の 0.05 mol/L トリス緩衝液を正確に加えて 1 mL 中に 10 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容　　器　密封容器．

乾燥ボツリヌスウマ抗毒素

Freeze-dried Botulism Antitoxin, Equine

乾燥ボツリヌス抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中の A 型ボツリヌス抗毒素，B 型ボツリヌス抗毒素，E 型ボツリヌス抗毒素及び F 型ボツリヌス抗毒素を含む．ただし，そのいずれかの 1 種，2 種又はその 3 種を含むものとすることができる．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ボツリヌスウマ抗毒素の条に適合する．

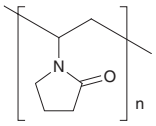
性　状　本品は溶剤を加えるとき，無色～黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

ポビドン

Povidone

ポリビドン

ポリビニルピロリドン



$(C_6H_9NO)_n$

Poly［(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene］　［*9003-39-8*］

本品は 1-ビニル-2-ピロリドンの直鎖重合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，窒素（N：14.01）11.5 ～ 12.8 % を含む．

本品の K 値は 25 ～ 90 である．

本品はその K 値を表示する．

性　状　本品は白色又はわずかに黄味を帯びた細かい粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトンに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品を 105 ℃ で 6 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はポビドン標準品（105 ℃ で 6 時間乾燥したもの）のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は，表示の K 値が 30 又はそれ以下のものについては 3.0 ～ 5.0 であり，表示の K 値が 30 を超えるものについては 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色又は微赤色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　アルデヒド　本品約 1.0 g を精密に量り，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．密栓し，60 ℃ で 60 分間加温した後室温になるまで放冷し，試料溶液とする．別に新たに蒸留したアセトアルデヒド 0.100 g をとり，4 ℃ の水に溶かして正確に 100 mL とする．この液を 4 ℃ で約 20 時間放置し，その 1 mL を正確に量り，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び水 0.5 mL ずつを別々のセルに入れ，pH 9.0 の 0.05 mol/L ピロリン酸塩緩衝液 2.5 mL，及び β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液 0.2 mL を加え，かき混ぜた後密栓して 22±2 ℃ で 2 ～ 3 分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により波長 340 nm における吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度を A_{T1}，A_{S1} 及び A_{B1} とする．更にそれぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 0.05 mL を加え，かき混ぜた後密栓して 22±2 ℃ で 5 分間放置し，同様に操作して吸光度を測定し，それぞれの液の吸光度をそれぞれ A_{T2}，A_{S2} 及び A_{B2} とするとき，アルデヒドの量はアセトアルデヒドとして 500 ppm 以下である．

アルデヒドの量（ppm）

$$= \frac{1000}{W} \times \frac{(A_{T2} - A_{T1}) - (A_{B2} - A_{B1})}{(A_{S2} - A_{S1}) - (A_{B2} - A_{B1})}$$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

（4）　1-ビニル-2-ピロリドン　本品約 0.25 g を精密に量り，薄めたメタノール（1 → 5）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に 1-ビニル-2-ピロリドン 50 mg をとり，メタノールに溶かして正確に 100 mL とする．

この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，1-ビニル-2-ピロリドンの量は 10 ppm 以下である．

1-ビニル-2-ピロリドンの量（ppm）

$= (2.5 / W) \times (A_T / A_S)$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 mm 及び内径約 4 mm，長さ約 250 mm のそれぞれステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんし，それぞれプレカラム及び分離カラムとする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（4：1）

流量：1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：1-ビニル-2-ピロリドン 0.01 g 及び酢酸ビニル 0.5 g をメタノール 100 mL に溶かす．この液 1 mL をとり，薄めたメタノール（1 → 5）を加えて 100 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，1-ビニル-2-ピロリドン，酢酸ビニルの順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液 50 μL から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さが 10 ～ 15 mm になるように調整する．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である．

プレカラムの洗浄：試料溶液を試験した後，移動相をプレカラムに上記の流量で約 30 分間，試験操作と逆の方向に流し，試料を溶出させて洗浄する．

（5） 過酸化物　本品の換算した脱水物 4.0 g に対応する量を正確に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．この液 25 mL に塩化チタン（Ⅲ）・硫酸試液 2 mL を加え 30 分間放置する．この液につき，試料溶液 25 mL に 13 % 硫酸 2 mL を加えた液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 405 nm における吸光度は 0.35 以下である（過酸化水素として 400 ppm 以下）．

（6） ヒドラジン　本品 2.5 g を容量 50 mL の遠心沈殿管に入れ，水 25 mL を加え，かき混ぜて溶かす．サリチルアルデヒドのメタノール溶液（1 → 20）500 μL を加え，かき混ぜ，60 ℃ の水浴中で 15 分間加温する．冷後，トルエン 2.0 mL を加え，密栓して 2 分間激しく振り混ぜ，遠心分離し，上層のトルエン液を試料溶液とする．別にサリチルアルダジン 0.09 g をトルエンに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，トルエンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール（2 → 3）を展開溶媒として薄層板の長さの約 3/4 の距離を展開した後，薄層板を風乾する．これに 365 nm の紫外線を照射するとき，標準溶液から得た蛍光スポットの R_f 値は約 0.3 で，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍光は標準溶液のそれよりも濃くない（1 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉 5.0 % 以下（0.5 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

K 値　本品の換算した脱水物 1.00 g に対応する量を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，60 分間放置し，試料溶液とする．試料溶液及び水につき，25 ℃ で粘度測定法第 1 法〈*2.53*〉により試験を行い，次式により K 値を求めるとき，表示 K 値の 90 ～ 108 % である．

$$K = \frac{1.5 \log \eta_{rel} - 1}{0.15 + 0.003\, c} + \frac{\sqrt{300\, c \log \eta_{rel} + (c + 1.5\, c \log \eta_{rel})^2}}{0.15\, c + 0.003\, c^2}$$

c：溶液 100 mL 中の換算した脱水物の質量（g）

η_{rel}：水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

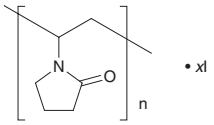
定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，ケルダールフラスコに入れ，これに硫酸カリウム 33 g，硫酸銅（Ⅱ）五水和物 1 g 及び酸化チタン（Ⅳ）1 g の混合物を粉末とし，その 5 g を加え，フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える．フラスコを徐々に加熱し，液が黄緑色澄明になり，フラスコの内壁に炭化物を認めなくなってから更に 45 分間加熱を続ける．冷後，水 20 mL を注意しながら加えて冷却する．フラスコを，あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する．受器にはホウ酸溶液（1 → 25）30 mL 及びブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液 3 滴を入れ，適量の水を加え，冷却器の下端をこの液に浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）30 mL を加え，注意して水 10 mL で洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，水蒸気を通じて留液 80 ～ 100 mL を得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分で洗い込み 0.025 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.025 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 0.700 mg N

貯 法 容　器　気密容器．

ポビドンヨード

Povidone-Iodine



$(C_6H_9NO)_n \cdot xI$

Poly［(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene］iodine ［*25655-41-8*］

本品は 1-ビニル-2-ピロリドンの重合物とヨウ素の複合体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，有効ヨウ素（I：126.90）9.0 ～ 12.0 % 及び窒素（N：14.01）9.5 ～ 11.5 % を含む．

性　状　本品は暗赤褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.5 ～ 3.5 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）1 滴を薄めたデンプン試液（1 → 10）10 mL に加えるとき，液は濃い青色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えた後，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 1 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 2 滴を加えるとき，液は青色を呈し，徐々に青色の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.30 g を水 100 mL に溶かすとき，液は褐色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　ヨウ化物イオン　本品約 0.5 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，亜硫酸水素ナトリウム試液をヨウ素の色が完全に消失するまで加える．次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，更に硝酸 10 mL を加えてよく振り混ぜた後，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉し，全ヨウ素量を求める（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は液が赤褐色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL ＝ 12.69 mg I

全ヨウ素量（%）から有効ヨウ素の量（%）を差し引いて乾燥物に換算したヨウ化物イオンの量を求めるとき，6.6 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（1 g，100 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（5 g）．

定 量 法

（1）　有効ヨウ素　本品約 0.5 g を精密に量り，水 30 mL に溶かし，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 2.538 mg I

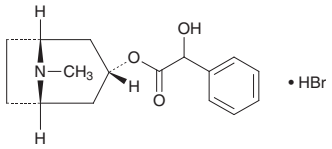
（2）　窒素　本品約 20 mg を精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

貯　法　容　器　気密容器．

ホマトロピン臭化水素酸塩

Homatropine Hydrobromide

臭化水素酸ホマトロピン



$C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$：356.25

(1*R*,3*r*,5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl［(2*RS*)-2-hydroxy-2-phenyl]acetate monohydrobromide ［*51-56-9*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ホマトロピン臭化水素酸塩（$C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，酢酸（100）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

融点：約 214 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 20）5 mL にヨウ素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，2,4,6-トリニトロフェノール試液 3 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，水 10 mL ずつで 5 回洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 184 ～ 187 ℃ である．

（3）　本品の水溶液（1 → 20）は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき，液は緑色である．

（2）　アトロピン，ヒヨスチアミン又はスコポラミン　本品 10 mg に硝酸 5 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ～ 6 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈しない．

（3）　類縁物質　本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液 1 mL にタンニン酸試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

（ii）　試料溶液 1 mL に希塩酸及びヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液それぞれ 2 ～ 3 滴を加えるとき，沈殿を生じない．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（0.2 g）．

定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）60 mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 35.63 mg $C_{16}H_{21}NO_3$・HBr

貯 法

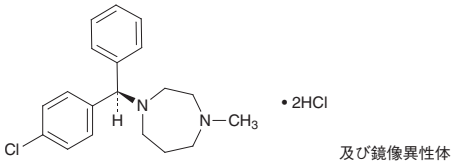
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ホモクロルシクリジン塩酸塩

Homochlorcyclizine Hydrochloride

塩酸ホモクロルシクリジン



$C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl：387.77

1-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]-4-methylhexahydro-1*H*-1,4-diazepine dihydrochloride

［*1982-36-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ホモクロルシクリジン塩酸塩（$C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微褐色の結晶又は粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくく，アセトニトリル又は無水酢酸に極めて溶けにくい．

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

本品は光によってわずかに着色する．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

融点：約 227 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピーク面積は，いずれも標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のホモクロルシクリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：223 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液（134：66：1）

流量：ホモクロルシクリジンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：ホモクロルシクリジンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たホモクロルシクリジンのピーク面積が，標準溶液のホモクロルシクリジンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 5 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸メチル，ホモクロルシクリジンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ホモクロルシクリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 2.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.39 mg $C_{19}H_{23}ClN_2$・2HCl

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

経口生ポリオワクチン
Live Oral Poliomyelitis Vaccine

本品はⅠ型，Ⅱ型及びⅢ型弱毒生ポリオウイルスを含む．

本品は必要ならば，単価又は 2 価の製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準の経口生ポリオワクチンの条に適合する．

性　状　本品は淡黄赤色～淡赤色澄明の液である．凍結してあるときは，淡白黄色～淡白赤色である．

ポリスチレンスルホン酸カルシウム
Calcium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，カルシウム型とした陽イオン交換樹脂でである．

本品を乾燥したものは定量するとき 7.0 ～ 9.0 % のカルシウム（Ca：40.08）を含む．

本品の乾燥物 1 g は 0.053 ～ 0.071 g のカリウム（K：39.10）と交換する．

性　状　本品は微黄白色～淡黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はカルシウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1）　アンモニウム　本品 1.0 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙をつけた時計皿で覆い，15 分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない（5 ppm 以下）．

（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）スチレン　本品 10.0 g をとり，アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン 10 mg にアセトンを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確に量り，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，それぞれの液のスチレンのピーク高さ H_T 及び H_S を測定するとき，H_T は H_S より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のステンレス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 20 M を 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：スチレンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン 10 mg をアセトン 1000 mL に混和する．この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，スチレンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 800 段以上，0.8 ～ 1.2 である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スチレンのピーク高さの相対標準偏差は 5 % 以下である．

（5）　ナトリウム　定量法（1）で得た液 50 mL より，2 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別に塩化ナトリウムを 130 ℃ で 2 時間乾燥し，この 0.2542 g を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液の適量を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にナトリウム（Na：22.99）1 ～ 3 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い，標準溶液より得た検量線より試料溶液中のナトリウム量を求める（1 % 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0 nm

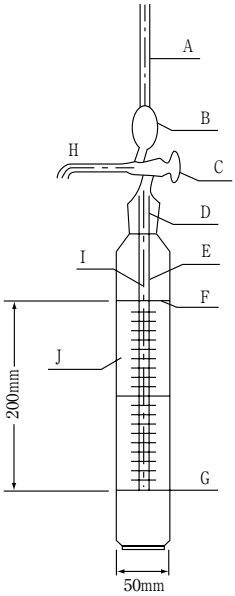
乾燥減量〈2.41〉　10.0 % 以下（1 g，減圧，80 ℃，5 時間）．

微 粒 子

（i）　装置　図に示すものを用いる．

（ii）　操作法　本品を乾燥し，その約 5.5 g を精密に量り，25 ℃ の水 300 mL を加え，5 分間かき混ぜる．これを 25 ℃ に保った沈降管 J に移し，沈降管 J の 20 cm 標線 F の 2 mm 下まで 25 ℃ の水を加えた後，ピペットを挿入する．三方コック C を開いて空気を排出し，水を通気口 D より 20 cm 標線 F まで正確に加えて，三方コック C を閉じる．装置を横方向及び縦方向に十分に振りながら，内容物を分散させた後，三方コック C を開いて，25±1 ℃ で，5 時間 15 分間静置する．

次に沈降管 J 中の懸濁液を正確にピペット球目盛線 A まで吸い上げ，ピペット排出管 H の方向に三方コック C を開いてとる．更に同じ操作を繰り返し，合わせて 20 mL の懸濁液を正確にとる．この液を水浴上で蒸発乾固し，105 ℃ で恒量になるまで乾燥し，その質量 W_S（g）を求める．また，使用した水 20 mL を正確に量り，同様に操作し，質



ピペット毛細管挿入時の20 cm標線までの内容量：550mL
1回の吸引量：10mL

A：ピペット球目盛線
B：吸上げ用ピペット球
C：三方コック
D：通気口
E：ピペット吸上げ管
F：20cm標線
G：0cm基線
H：ピペット排出管
I：ピペット毛細管
J：沈降管

図　アンドレアゼンピペット

量 W_B（g）を求める．W_S，W_B の差 mi（g）を求め，次の式によって微粒子の量（S）を求めるとき，0.1 % 以下である．

$$S\ (\%) = \{(m\mathrm{i} \times V) / (20 \times W_T)\} \times 100$$

W_T：本品の秤取量（g）
V：ピペット毛細管挿入時の20 cm標線までの内容積（mL）

定 量 法

（1）　カルシウム　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，3 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて分散させ，これを下に 50 mL のメスフラスコの受器をおき，底にガラスウールを入れた内径 12 mm，高さ 70 mm のクロマトグラフィー管に 3 mol/L 塩酸試液少量を用いて完全に洗いこむ．更に 3 mol/L 塩酸試液を用いて液量が約 45 mL となるまで溶出する．次に水を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，アンモニア試液を加えて，正確に pH 10 に調整した後，直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が消え，青色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝ 2.004 mg Ca

（2）　カリウム交換容量　本品を乾燥し，その約 1.0 g を精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液 50 mL を正確に加えて，120 分間かき混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にカリウム（K：39.10）0.5 ～ 2.5 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で，原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y（mg）を求める．次の式によって本品の乾燥物 1 g のカリウム交換量を計算するとき，53 ～ 71 mg である．

本品の乾燥物 1 g 当たりのカリウム（K）交換量（mg）
　$= (X - 100Y) / W$

X：交換前のカリウム標準原液50 mL中のカリウム量（mg）
W：本品の乾燥物の秤取量（g）

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：カリウム中空陰極ランプ
波長：766.5 nm

貯　法　容　　器　気密容器．

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム
Sodium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ，ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ナトリウム（Na：22.99）9.4 ～ 11.0 % を含む．

本品の換算した脱水物 1 g は 0.110 ～ 0.135 g のカリウム（K：39.10）と交換する．

性　状　本品は黄褐色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95），アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え，かき混ぜた後，ろ過し，ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アンモニウム　本品 1.0 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙を付けた時計皿で覆い，15 分間加熱するとき，発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（4） スチレン　本品 10.0 g をとり，アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離した上澄液を試料溶液とする．別にスチレン 10 mg をとり，アセトンに溶かして正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のスチレンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は A_S より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：スチレンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g ずつをアセトン 100 mL に溶かす．この液 5 mL をとり，アセトンを加えて 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，スチレンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スチレンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法

（1） ナトリウム　本品の換算した脱水物約 1 g を精密に共栓ガラス容器に量り，3 mol/L 塩酸試液 50 mL を正確に加えて，60 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にナトリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にナトリウム（Na：22.99）1 ～ 3 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて，試料溶液中のナトリウム含量を求める．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ

波長：589.0 nm

（2） カリウム交換容量　本品の換算した脱水物約 1.5 g を精密に共栓ガラス容器に量り，カリウム標準原液 100 mL を正確に加え，15 分間振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にカリウム標準原液適量を正確に量り，水を加えて 1 mL 中にカリウム（K：39.10）1 ～ 5 μg を含むように正確に薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y（mg）を求める．次の式によって本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム交換量を計算するとき，0.110 ～ 0.135 g である．

本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム（K）交換量（mg）

$= (X - 100Y) / W$

X：交換前のカリウム標準原液 100 mL 中のカリウム量（mg）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（g）

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：カリウム中空陰極ランプ

波長：766.5 nm

貯　法　容　　器　気密容器．

ポリソルベート 80

Polysorbate 80

本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエステル化したもののポリオキシエチレンエーテルである．

性　状　本品は無色～だいだい黄色の粘稠性のある液で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや苦く，温感がある．

本品はメタノール，エタノール（95），温エタノール（95），ピリジン又はクロロホルムと混和する．

本品は水に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ～ 7.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，希塩酸を加えて酸性にするとき，液は白濁する．

（2） 本品の水溶液（1 → 20）5 mL に臭素試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，試液の色は消える．

（3） 本品 6 mL に水 4 mL を常温又はそれ以下の温度で混ぜ合わせるとき，ゼリーようの塊となる．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）10 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 5 mL を加えてよく振

り混ぜ，更にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜて静置するとき，クロロホルム層は青色を呈する．

粘　度〈*2.53*〉　345 ～ 445 mm^2/s（第 1 法，25 ℃）．

比　重〈*1.13*〉　d^{20}_{20}：1.065 ～ 1.095

酸　価〈*1.13*〉　2.0 以下．

けん化価〈*1.13*〉　45 ～ 55

ヨウ素価〈*1.13*〉　19 ～ 24　ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用い，指示薬を用いないで滴定〈*2.50*〉し，その終点はヨウ素の黄色が消えるときとする．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（1 g，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（2 g）．

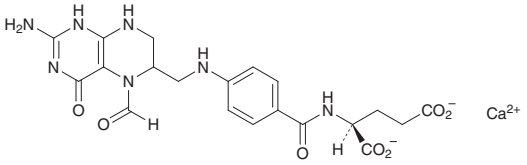
貯　法　容　　器　気密容器．

ホリナートカルシウム

Calcium Folinate

ホリン酸カルシウム

ロイコボリンカルシウム



$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$：511.50

Monocalcium *N*-{4-[(2-amino-5-formyl-4-oxo-1,4,5,6,7,8-hexahydropteridin-6-yl)methylamino]benzoyl}-L-glutamate　[*1492-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホリナートカルシウム（$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$）95.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はホリナートカルシウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したホリナートカルシウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（2），（3）及び（4）を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.40 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（50 ppm 以下）．

水　分〈*2.48*〉　本品約 0.2 g を乾燥した滴定フラスコに精密に量り，酢酸（100）25 mL に溶かす．次に水・メタノール標準液 10.0 mL を加え，水分測定用試液で終点まで滴定し，試験を行うとき，水分は 17.0 % 以下である．同様の方法で空試験を行い，補正する．

定 量 法　本品約 20 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品約 17.5 mg を精密に量り，移動相に溶かして正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のホリナートのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ホリナートカルシウム（$C_{20}H_{21}CaN_7O_7$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ～ 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：室温

移動相：水 860 mL にアセトニトリル 100 mL，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 15 mL を加えた後，2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整し，更に水を加えて，1000 mL とする．

流量：ホリナートの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：葉酸 17.5 mg を移動相 100 mL に溶かす．この液 5 mL に標準溶液 20 mL を加えた液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ホリナート，葉酸の順に溶出し，その分離度が 3.6 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，ホリナートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

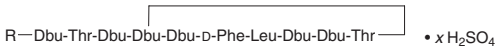
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ポリミキシン B 硫酸塩

Polymixin B Sulfate

硫酸ポリミキシン B



ポリミキシンB_1： R = 6-メチルオクタン酸
Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸

ポリミキシンB_2： R = 6-メチルヘプタン酸
Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸

本品は，*Bacillus polymyxa* の培養によって得られる抗細菌活性を有するペプチド系化合物の混合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 6500 単位以上を含む．ただし，本品の力価は，ポリミキシン B（$C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}$）としての量を単位で示し，その 1 単位はポリミキシン B 硫酸塩（$C_{55\sim56}H_{96\sim98}N_{16}O_{13}\cdot 1\sim2H_2SO_4$）0.129 μg に対応する．

性　状　本品は白色～黄褐色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 10）5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）5 mL を加え，振り混ぜながら硫酸銅（Ⅱ）五水和物溶液（1 → 100）5 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）本品及びポリミキシン B 硫酸塩標準品 5 mg ずつをそれぞれ共栓試験管にとり，薄めた塩酸（1 → 2）1 mL に溶かし，栓をして 135 ℃ で 5 時間加熱した後，水浴上で蒸発乾固し，塩酸臭がなくなるまで加熱を続ける．残留物を水 0.5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液（1）とする．別に L-ロイシン，L-トレオニン，フェニルアラニン及び L-セリン 20 mg ずつをそれぞれ水 10 mL に溶かし，標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）3 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板を飽和した展開溶媒の蒸気に 15 時間さらした後，フェノール/水混液（3：1）を展開溶媒として，遮光して約 13 cm 展開する．展開後，薄層板を 110 ℃ で 5 分間乾燥し，これにニンヒドリン・酢酸試液を均等に噴霧し，110 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た各々のスポットの R_f 値は，標準溶液（1）から得た各々のスポットの R_f 値と等しい．また，試料溶液から得たスポットは，それぞれ標準溶液（2），標準溶液（3）及び標準溶液（4）から得たスポットに対応する位置に認められ，標準溶液（5）から得たスポットに対応する位置には認められない．

（3）本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：−78 ～ −90°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

フェニルアラニン　本品約 0.375 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸に溶かし，正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 252 nm，258 nm，264 nm，280 nm 及び 300 nm における吸光度 A_1，A_2，A_3，A_4 及び A_5 を測定する．次式によりフェニルアラニンの量を求めるとき，9.0 ～ 12.0 % である．

フェニルアラニンの量（%）

$$= \{(A_2 - 0.5A_1 + 0.5A_3 - 1.8A_4 + 0.8A_5) / W_T\} \times 9.4787$$

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量（g）

純度試験　重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 6.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.75 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌　*Escherichia coli* NIHJ を用いる．

（ii） 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地　ペプトン 10.0 g，肉エキス 3.0 g，塩化ナトリウム 30.0 g，カンテン 20.0 g 及び水 1000 mL を混和し，滅菌する．ただし，滅菌後の pH〈*2.54*〉は 6.5 ～ 6.6 とする．

（iii） 標準溶液　ポリミキシン B 硫酸塩標準品約 200000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，14 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4000 単位及び 1000 単位を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液　本品約 200000 単位に対応する量を精密に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 4000 単位及び 1000 単位を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ホルマリン

Formalin

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）35.0 ～ 38.0 % を含む．

本品は重合を避けるためメタノール 5 ～ 13 % を加えてある．

性　状　本品は無色澄明の液で，そのガスは粘膜を刺激する．

本品は水又はエタノール（95）と混和する．

本品は長く保存するとき，特に寒冷時に混濁することがある．

確認試験

（1） 本品 2 mL に水 10 mL 及び硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えるとき，灰色の沈殿を生じるか，又は管壁

に銀鏡を生じる．

（2） 本品 2 滴をサリチル酸 0.1 g に硫酸 5 mL を加えて溶かした液に加え，加温するとき，液は持続する暗赤色を呈する．

純度試験 酸 本品 20 mL に水 20 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.0 mL 及びブロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき，液の色は青色である．

強熱残分 〈*2.44*〉 0.06 w/v% 以下（5 mL，蒸発後）．

定 量 法 はかり瓶に水 5 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 1 g を加え，再び精密に量る．次に水を加えて正確に 100 mL とし，その 10 mL を正確に量り，正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加え，更に水酸化カリウム試液 20 mL を加え，15 分間常温で放置した後，希硫酸 15 mL を加え，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 1.501 mg CH_2O

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ホルマリン水

Formalin Water

本品は定量するとき，ホルムアルデヒド（CH_2O：30.03）0.9 ～ 1.1 w/v% を含む．

製 法

ホルマリン	30 mL
常水又は精製水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，混和して製する．

性 状 本品は無色澄明の液で，わずかにホルムアルデヒドのにおいがある．

本品はほとんど中性である．

定 量 法 本品 20 mL を正確に量り，1 mol/L 水酸化カリウム液 2.5 mL を入れた 100 mL のメスフラスコに入れ，水を加えて 100 mL とし，その 10 mL を正確に量り，以下「ホルマリン」の定量法を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 1.501 mg CH_2O

貯 法 容 器 気密容器．

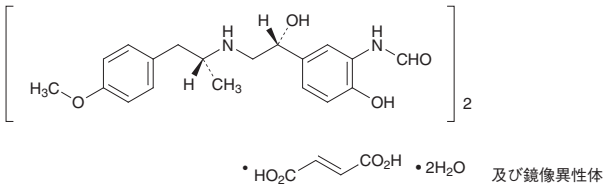
ホルモテロールフマル酸塩水和物

Formoterol Fumarate Hydrate

フマル酸フォルモテロール

フマル酸ホルモテロール

ホルモテロールフマル酸塩



$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$：840.91

N-(2-Hydroxy-5-{(1*RS*)-1-hydroxy-2-[(1*RS*)-2-(4-methoxyphenyl)-1-methylethylamino]ethyl}phenyl)formamide hemifumarate monohydrate ［*43229-80-7*，無水物］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ホルモテロールフマル酸塩［$(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$：804.88］98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 100）は旋光性を示さない．

融点：約 138 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を 0.5 mol/L 硫酸試液 20 mL に溶かし，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 3 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL で洗った後，ジエチルエーテル層を減圧で留去し，105 ℃ で 3 時間乾燥するとき，得られた残留物の融点〈*2.60*〉は約 290 ℃（分解，封管中）である．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/1,4-ジオキサン/エタノール

(99.5)/アンモニア水 (28) 混液 (20：20：10：3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉 4.0 ～ 5.0 % (0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g)．

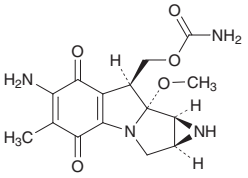
定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り，酢酸 (100) 50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.24 mg $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯　法　容　　器　気密容器．

マイトマイシン C

Mitomycin C



$C_{15}H_{18}N_4O_5$：334.33

(1a*S*,8*S*,8a*R*,8b*S*)-6-Amino-4,7-dioxo-8a-methoxy-5-methyl-1,1a,2,8,8a,8b-hexahydroazirino[2′,3′：3,4]pyrrolo-[1,2-*a*]indol-8-ylmethyl carbamate [*50-07-7*]

本品は，*Streptomyces caespitosus* の培養によって得られる抗腫瘍活性を有する化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1030 μg (力価) を含む．ただし，本品の力価は，マイトマイシン C ($C_{15}H_{18}N_4O_5$) としての量を質量 (力価) で示す．

性　状　本品は青紫色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルアセトアミドに溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール (99.5) に極めて溶けにくい．

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100000) につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシン C 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

(2) 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はマイトマイシン C 標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液及び標準溶液調製後速やかに行う．本品 50 mg をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマイトマイシン C 以外の各々のピーク面積は標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積より大きくない．また，試料溶液のマイトマイシン C 以外のピークの合計面積は標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える．

移動相 B：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 20 mL に水を加えて 1000 mL とする．この液にメタノール 1000 mL を加える．

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ～ 10	100	0
10 ～ 30	100 → 0	0 → 100
30 ～ 45	0	100

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からマイトマイシン C の保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 10 μL から得たマイトマイシン C のピーク面積が標準溶液のマイトマイシン C のピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品 25 mg 及び 3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド 40 mg をメタノール 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシン C，3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は 15 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，マイトマイシン C のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.0 % 以下 (0.1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間)．

定 量 法　本品及びマイトマイシン C 標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り，それぞれを *N*,*N*-ジメチルアセトアミドに溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及

び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のマイトマイシン C のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

マイトマイシン C（$C_{15}H_{18}N_4O_5$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：マイトマイシン C 標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：365 nm）
カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度
移動相：0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液 40 mL に薄めた酢酸（100）（1 → 20）5 mL を加え，更に水を加えて 1000 mL とする．この液 600 mL にメタノール 200 mL を加える．
流量：マイトマイシン C の保持時間が約 7 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：マイトマイシン C 標準品 25 mg 及び 3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒド 0.375 g を *N*,*N*-ジメチルアセトアミド 50 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，マイトマイシン C，3-エトキシ-4-ヒドロキシベンズアルデヒドの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，マイトマイシン C のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

マーキュロクロム

Mercurochrome
メルブロミン

本品はフルオレセインを臭素化及び水銀化した色素混合物のナトリウム塩である．

本品を乾燥したものは定量するとき，臭素（Br：79.90）18.0 ～ 22.4 % 及び水銀（Hg：200.59）22.4 ～ 26.7 % を含む．

性 状 本品は青緑色～帯緑赤褐色の小葉片又は粒で，においはない．

本品は水に溶けやすいが，わずかに不溶分を残すことがあり，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験
（1） 本品の水溶液（1 → 2000）は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．
（2） 本品の水溶液（1 → 250）5 mL に希硫酸 3 滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる．
（3） 本品 0.1 g を試験管にとり，ヨウ素の小片を加えて加熱するとき，管壁上部に赤色の結晶を生じる．黄色の結晶を生じるときは，これをガラス棒でこするとき，赤色に変わる．
（4） 本品 0.1 g を磁製るつぼにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）1 mL を加え，かき混ぜながら蒸発乾固した後，強熱する．残留物を水 5 mL に溶かし，塩酸を加えて酸性とし，塩素試液 3 滴及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色を呈する．

純度試験
（1） 色素 本品 0.40 g に水を加えて 20 mL とし，希硫酸 3 mL を加え，ろ過するとき，液の色は色の比較液 C より濃くない．
（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 5.0 g を水 80 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 40 mL をネスラー管にとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，直射日光を避け，5 分間放置するとき，混濁を生じないか，又は生じることがあっても次の比較液の呈する混濁より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて同様に操作する．

（3） 可溶性水銀塩 （1）のろ液 5 mL に水 5 mL を加えて試料溶液とする．別に塩化水銀（Ⅱ）40 mg を正確に量り，水に溶かし 1000 mL とした液 20 mL に希硫酸 3 mL を加える．この液 5 mL に水 5 mL を加え，比較液とする．両液に硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，比較するとき，試料溶液の色は比較液より濃くない．
（4） 不溶性水銀化合物 本品 2.5 g を水 50 mL に溶かし，24 時間放置した後，遠心分離し，沈殿を洗液が無色となるまで少量の水で洗い，共栓フラスコに移し，正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 5 mL を加え，しばしば振り混ぜて 1 時間放置した後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 4.3 mL を振り混ぜながら滴加し，更にデンプン試液 1 mL を加えるとき，液の色は青色である．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，5 時間）．

定 量 法
（1） 水銀 本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 50 mL に溶かし，酢酸（31）8 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，更に正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を加えて密栓し，しばしば強く振り混ぜて 1 時間放置する．この液を再び激しく振り動かしながら過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 10.03 mg Hg

（2） 臭素 本品を粉末とした後，乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，るつぼに入れ，硝酸カリウム 2 g，炭酸カリウム 3 g 及び無水炭酸ナトリウム 3 g を加えてよく混和し，更にその表面を炭酸カリウム及び無水炭酸ナトリウムの等量混合物 3 g で覆い，ほとんど融解するまで加熱する．冷後，温湯 80 mL を加えて溶かし，硝酸を加えて酸性とし，

0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 7.990 mg Br

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

マーキュロクロム液

Mercurochrome Solution

メルブロミン液

本品は定量するとき，水銀（Hg：200.59）0.42 ～ 0.56 w/v% を含む．

製　法

マーキュロクロム	20 g
精　製　水	適　量
全　　量	1000 mL

以上をとり，振り混ぜて製する．

性　状　本品は暗赤色の液である．

確認試験

（1）　本品 1 mL に水 40 mL を加えるとき，液は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品 1 mL に水 4 mL を加え，希硫酸 3 滴を加えるとき，赤みのだいだい色の沈殿を生じる．

（3）　本品 5 mL を蒸発乾固し，残留物につき，「マーキュロクロム」の確認試験（3）を準用する．

（4）　本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1 → 6）1 mL を加え，以下「マーキュロクロム」の確認試験（4）を準用する．

純度試験　色素　本品 20 mL に希硫酸 3 mL を加え，生じた沈殿をろ過するとき，ろ液の色は色の比較液 C より濃くない．

定 量 法　本品 30 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL を加え，酢酸（31）8 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え，以下「マーキュロクロム」の定量法（1）を準用する．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 10.03 mg Hg

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

マクロゴール 400

Macrogol 400

ポリエチレングリコール 400

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 7 ～ 9 である．

性　状　本品は無色澄明の粘稠性のある液で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，メタノール，エタノール（95）又はピリジンと混和する．

本品はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

本品はやや吸湿性である．

凝固点：4 ～ 8 ℃

比重　d^{20}_{20}：1.110 ～ 1.140

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　酸　本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2）　エチレングリコール及びジエチレングルコール　本品 4.0 g を水に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にエチレングリコール及びジエチレングリコール約 50 mg ずつを精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液のエチレングリコールのピーク高さ H_{Ta} 及び H_{Sa} 並びにジエチレングリコールのピーク高さ H_{Tb} 及び H_{Sb} を測定し，エチレングリコール及びジエチレングリコールの量を求めるとき，エチレングリコールとジエチレングリコールの含量の和は 0.25 % 以下である．

エチレングリコールの量（mg）

$= W_{Sa} \times (H_{Ta} / H_{Sa}) \times (1 / 10)$

ジエチレングリコールの量（mg）

$= W_{Sb} \times (H_{Tb} / H_{Sb}) \times (1 / 10)$

W_{Sa}：エチレングリコールの秤取量（mg）

W_{Sb}：ジエチレングリコールの秤取量（mg）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 1.5 m の管にガスクロマトグラフィー用D−ソルビトールを 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 12 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：165 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素又はヘリウム

流量：ジエチレングリコールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，エチレングリコール，ジエチレングリコールの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

検出感度：標準溶液 2 μL から得たジエチルグリコールのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する．

平均分子量試験 無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，これに本品約 1.5 g を精密に量って加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98±2℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 380 ～ 420 である．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　器 気密容器．

マクロゴール 1500

Macrogol 1500

ポリエチレングリコール 1500

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n が 5 ～ 6 及び 28 ～ 36 の等量混合物である．

性　状 本品は白色の滑らかなワセリンようの固体で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，ピリジン又はジフェニルエーテルに極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：37 ～ 41℃

確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 5.0 g を中和エタノール 20 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） エチレングリコール及びジエチレングリコール 本品 50.0 g を 250 mL の蒸留フラスコにとり，ジフェニルエーテル 75 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，0.13 ～ 0.27 kPa の減圧でゆっくり蒸留し，1 mL 目盛付きの 100 mL の容器に留液 25 mL をとる．留液に水 20 mL を正確に加え，激しく振り混ぜた後，氷水中で冷却し，ジフェニルエーテルを凝固させ，25 mL のメスフラスコ中にろ過する．残留物を氷冷した水 5.0 mL で洗い，洗液はろ液に合せ，加温して室温とした後，水を加えて 25 mL とする．この液を共栓フラスコに移し，新たに蒸留したアセトニトリル 25.0 mL を加えて振り混ぜ，試料溶液とする．別にジエチレングリコール 62.5 mg をとり，新たに蒸留したアセトニトリルを用いて調製した水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確にとり，それぞれに硝酸二アンモニウムセリウム（Ⅳ）試液 15 mL を正確に加える．この液につき，2 ～ 5 分の間に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，450 nm 付近の吸収極大の波長における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯　法　容　器 気密容器．

マクロゴール 4000

Macrogol 4000

ポリエチレングリコール 4000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 59 ～ 84 である．

性　状 本品は白色のパラフィンようの塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：53 ～ 57℃

確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験 本品約 12.5 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L

の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98±2℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 2600 ～ 3800 である．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．
強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．
貯　法　容　器　密閉容器．

マクロゴール 6000

Macrogol 6000
ポリエチレングリコール 6000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 165 ～ 210 である．

性　状　本品は白色のパラフィンようの塊，薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，ピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

凝固点：56 ～ 61℃

確認試験　本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸　本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験　本品約 12.5 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98±2℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98±2℃ で 30 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 7300 ～ 9300 である．

水　分〈2.48〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．
強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．
貯　法　容　器　密閉容器．

マクロゴール 20000

Macrogol 20000
ポリエチレングリコール 20000

本品はエチレンオキシドと水との付加重合体で，$HOCH_2(CH_2OCH_2)_nCH_2OH$ で表され，n は 340 ～ 570 である．

性　状　本品は白色のパラフィンようの薄片又は粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水又はピリジンに溶けやすく，メタノール，エタノール（95），エーテル（99.5），石油ベンジン又はマクロゴール 400 にほとんど溶けない．

凝固点：56 ～ 64℃

確認試験　本品 0.05 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 7.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 5.0 g を水 50 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸　本品 5.0 g に中和エタノール 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

平均分子量試験 本品約 15 g を精密に量り，約 200 mL の耐圧共栓瓶に入れ，ピリジン約 25 mL を加え，加温して溶かし，放冷する．別に無水フタル酸 42 g をとり，新たに蒸留したピリジン 300 mL を正確に量って入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え，強く振り混ぜて溶かした後，16 時間以上放置する．この液 25 mL を正確に量り，先の耐圧共栓瓶に加え，密栓し，丈夫な布でこれを包み，あらかじめ 98 ± 2 ℃ に加熱した水浴中に入れる．この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする．98 ± 2 ℃ で 60 分間保った後，水浴から瓶を取り出し，室温になるまで空気中で放冷する．次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（1 → 100）5 滴を加え，この液につき，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う．

平均分子量 $= (W \times 4000) / (a - b)$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量（mL）

平均分子量は 15000 ～ 25000 である．

水　分〈*2.48*〉 1.0 % 以下（2 g，直接滴定）．
強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．
貯　法　容　　器 密閉容器．

マクロゴール軟膏

Macrogol Ointment
ポリエチレングリコール軟膏

製　法

マクロゴール 4000	500 g
マクロゴール 400	500 g
全　　量	1000 g

本品は「マクロゴール 4000」及び「マクロゴール 400」をとり，水浴上で 65 ℃ に加温して溶かした後，固まるまでよくかき混ぜて製する．ただし，「マクロゴール 4000」及び「マクロゴール 400」のそれぞれ 100 g 以内の量を互いに増減して全量 1000 g とし，適当な稠度の軟膏を製することができる．

性　状 本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．
確認試験 本品 0.05 g を希塩酸 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ液にリンモリブデン酸 *n* 水和物溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，黄緑色の沈殿を生じる．
貯　法　容　　器 気密容器．

乾燥弱毒生麻しんワクチン

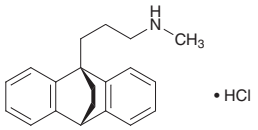
Freeze-dried Live Attenuated Measles Vaccine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．
本品は弱毒生麻しんウイルスを含む．
本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生麻しんワクチンの条に適合する．

性　状 本品は溶剤を加えるとき，無色，帯黄色又は帯赤色の澄明な液となる．

マプロチリン塩酸塩

Maprotiline Hydrochloride
塩酸マプロチリン



$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$：313.86
3-(9, 10-Dihydro-9, 10-ethanoanthracen-9-yl)-*N*-methylpropylamine monohydrochloride ［*10347-81-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，マプロチリン塩酸塩（$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$）99.0 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末である．
本品はメタノール又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，水に溶けにくい．
融点：約 244 ℃（分解）．

確認試験
（1） 本品のメタノール溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．
（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール（99.5）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．
（3） 本品の水溶液（1 → 200）5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，冷後ろ過する．ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験
（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（2） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノ

ールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノール/薄めたアンモニア水（28）（1 → 3）/酢酸エチル混液（14：5：4）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）180 mL に溶かし，硝酸ビスマスの酢酸（100）溶液（1 → 50）8 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.39 mg $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

貯 法 容 器 密閉容器．

乾燥まむしウマ抗毒素

Freeze-dried Mamushi Antivenom, Equine

乾燥まむし抗毒素

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のまむし抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥まむしウマ抗毒素の条に適合する．

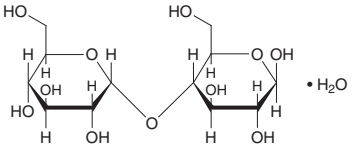
性 状 本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又はわずかに白濁した液となる．

マルトース水和物

Maltose Hydrate

麦芽糖

マルトース



$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$：360.31

α-D-Glucopyranosyl-(1→4)-β-D-glucopyranose monohydrate ［6363-53-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，マルトース水和物（$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は甘い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，アンモニア試液 5 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱するとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）2 ～ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+126 ～ +131° 本品を乾燥し，その約 10 g を精密に量り，アンモニア試液 0.2 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，この液につき層長 100 mm で測定する．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 10 g をとり，水 30 mL を入れたネスラー管に加え，60 ℃ の水浴中で加温して溶かす．冷後，水を加えて 50 mL とするとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.0 mL，塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 1.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.024 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（4 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g を水 5 mL に溶かし，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱し，更に濃縮して 5 mL とする．冷後，これを検液とし，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（6） デキストリン，溶性でんぷん及び亜硫酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は黄色を呈し，更にデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は青色を呈する．

（7） 窒素 本品約 2 g を精密に量り，窒素定量法〈1.08〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は 0.01 % 以下である．ただし，分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし，加える水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）の量は 45 mL とする．

（8） 類縁物質 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のマルトースより前に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶液のマルトースのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のマルトースより後に溶出する物質のピークの合計面積は，標準溶液のマルトースのピーク面積の 1/2 より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たマルトースのピーク高さが約 30 mm になるように調整する．

面積測定範囲：マルトースの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びマルトース標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するマルトースのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

マルトース（$C_{12}H_{22}O_{11}\cdot H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：マルトース標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 エチレングリコール溶液（1 → 50）

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約 8 mm，長さ約 55 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 8 %）を充てんする．

カラム温度：50 ℃ 付近の一定温度

移動相：水

流量：マルトースの保持時間が約 18 分になるように調整する．

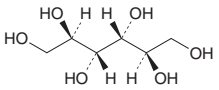
カラムの選定：マルトース 0.25 g，ブドウ糖 0.25 g 及びエチレングリコール 0.4 g を水に溶かし，100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，マルトース，ブドウ糖，エチレングリコールの順に溶出し，マルトースとブドウ糖の分離度が 4 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 気密容器．

D-マンニトール

D-Mannitol

D-マンニット



$C_6H_{14}O_6$：182.17

D-Mannitol ［69-65-8］

本品を乾燥したものは定量するとき，D-マンニトール（$C_6H_{14}O_6$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は粉末で，においはなく，味は甘く，冷感がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品の飽和水溶液 5 滴に塩化鉄（Ⅲ）試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）5 滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，これを強く振り混ぜるとき，液は澄明となる．更に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）を追加しても沈殿を生じない．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もしこれらのスペクトルに差を認めるときは，本品 1 g を温湯 3 mL に溶かした後，5 ℃ で 24 時間又は結晶が析出するまで放置した後，ろ過する．得られた結晶を少量の冷水で洗った後，105 ℃ で 4 時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+137 ～ +145° 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1 → 20）80 mL に溶かし，薄めた硫酸（1 → 35）を加えて正確に 100 mL とする．この液につき，層長 100 mm で測定する．

融 点〈2.60〉 166 ～ 169 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（3） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.007 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈1.14〉 本品 2.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.010 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）．

（6） ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし，ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は赤色を呈しない．

（7） ヒ素〈1.11〉 本品 1.5 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1.3 ppm 以下）．

（8） 糖類 本品 5.0 g に水 15 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液で中和する（指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴）．更に水を加えて 50 mL とし，その 10 mL をフラスコに量り，水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加えて穏やかに 3 分間煮沸した後，放置して酸化銅（Ⅰ）を沈殿させる．次いで上澄液をガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先のガラスろ過器でろ過する．フラスコ内の沈殿に硫酸鉄（Ⅲ）試液 20 mL を加えて溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80 ℃ に加熱し，0.02 mol/L 過マンガ

ン酸カリウム液で滴定〈2.50〉するとき，その消費量は 1.0 mL 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え，水浴中で 15 分間加熱する．冷後，ヨウ化カリウム 2.5 g を加え，密栓してよく振り混ぜ，暗所に 5 分間放置した後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 密閉容器．

D-マンニトール注射液

D-Mannitol Injection

D-マンニット注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する D-マンニトール（$C_6H_{14}O_6$：182.17）を含む．

製 法 本品は「D-マンニトール」をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，味は甘い．

本品は結晶を析出することがある．

確認試験 本品を水浴上で濃縮して飽和溶液とし，この液 5 滴につき，「D-マンニトール」の確認試験（1）を準用する．

pH〈2.54〉 4.5 ～ 7.0

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の D-マンニトール（$C_6H_{14}O_6$）約 5 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，次にこの液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，以下「D-マンニトール」の定量法を準用する．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

ミグレニン

Migrenin

本品はアンチピリン 90，カフェイン 9 及びクエン酸 1 の質量の割合からなる．

本品を乾燥したものは定量するとき，アンチピリン（$C_{11}H_{12}N_2O$：188.23）87.0 ～ 93.0 % 及びカフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$：194.19）8.6 ～ 9.5 % を含む．

性 状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 4.0 である．

本品は湿気及び光によって変化する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき，液は濃緑色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 50）5 mL に塩酸 1 滴及びホルムアルデヒド液 0.2 mL を加え，30 分間水浴中で加熱した後，アンモニア試液の過量を加えてろ過する．ろ液に塩酸を加えて酸性とし，クロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜ，クロロホルム層を分取し，水浴上で蒸発し，残留物に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液 2 ～ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき消える．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はクエン酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 104 ～ 110 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法

（1） アンチピリン 本品を乾燥し，その約 0.25 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れて，酢酸ナトリウム試液 25 mL に溶かし，0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え，時々振り混ぜて 20 分間放置した後，クロロホルム 15 mL を加えて沈殿を溶かし，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL ＝ 9.411 mg $C_{11}H_{12}N_2O$

（2）カフェイン 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10 mL とし，試料溶液とする．別にカフェイン標準品を 80 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 90 mg を精密に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にクロロホルムを加えて溶かし，10 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

カフェイン（$C_8H_{10}N_4O_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：カフェイン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　エテンザミドのクロロホルム溶液（1 → 50）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 2.6 mm，長さ 210 cm のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用 50 % フェニル−メチルシリコーンポリマーを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：210 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エテンザミドの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンチピリン 0.9 g 及びカフェイン 0.09 g をクロロホルム 10 mL に溶かす．この液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，カフェイン，アンチピリンの順に流出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するカフェインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

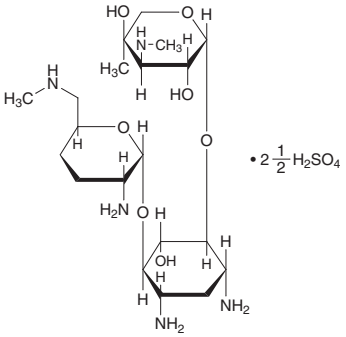
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ミクロノマイシン硫酸塩

Micronomicin Sulfate

硫酸ミクロノマイシン



$C_{20}H_{41}N_5O_7 \cdot 2\frac{1}{2}H_2SO_4$：708.77

2−Amino−2, 3, 4, 6−tetradeoxy−6−methylamino−α−D−*erythro*−hexopyranosyl−(1→4)−[3−deoxy−4−*C*−methyl−3−methylamino−β−L−arabinopyranosyl−(1→6)]−2−deoxy−D−streptamine hemipentasulfate

［*52093−21−7*，ミクロノマイシン］

本品は，*Micromonospora sagamiensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 590 ～ 660 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミクロノマイシン（$C_{20}H_{41}N_5O_7$：463.57）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エチレングリコールにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品及びミクロノマイシン硫酸塩標準品 50 mg ずつを水 10 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/1−ブタノール/アンモニア水（28）混液（10：8：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液（25：1）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）5 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じ，希硝酸を加えても沈殿は溶けない．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋110 ～ ＋130°（脱水物に換算したもの 0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.40 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/1−ブタノール/アンモニア水（28）混液（10：8：7）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン/ピリジン混液（25：1）溶液（1 → 500）を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　10.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，逆滴定．ただし，水分測定用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）を用いる）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ｉ） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）のｉを用いる．

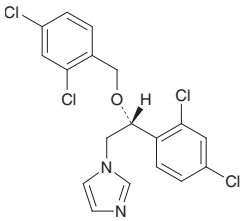
（iii） 標準溶液 ミクロノマイシン硫酸塩標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，30 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 20 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の抗生物質用 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯 法 容 器 気密容器．

ミコナゾール

Miconazole



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$：416.13

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole ［*22916-47-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール（$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 84 ～ 87 ℃

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（60：30：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の淡黄褐色が淡黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

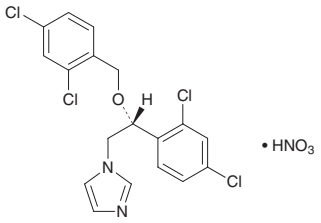
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.61 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

ミコナゾール硝酸塩

Miconazole Nitrate

硝酸ミコナゾール



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$：479.14

1-[(2*RS*)-2-(2,4-Dichlorobenzyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1*H*-imidazole mononitrate ［*22832-87-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ミコナゾール硝酸塩（$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95），アセトン又は酢酸（100）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

融点：約 180 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品のメタノール溶液（1 → 100）2 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100）につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

（4） 本品のメタノール溶液（1 → 100）は硝酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g をメタノール 100 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.10 g をとり，希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.09 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水（28）混液（60：30：10：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 20 分間放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 47.91 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ミツロウ

Yellow Beeswax

CERA FLAVA

黄蝋

本品はヨーロッパミツバチ *Apis mellifera* Linné 又はトウヨウミツバチ *Apis indica* Radoszkowski（*Apidae*）などのミツバチの巣から得たろうを精製したものである．

性 状 本品は淡黄色～帯褐黄色の塊で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

酸 価〈1.13〉 5 ～ 9 又は 17 ～ 22. 本品約 6 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（99.5）50 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 mL を加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈1.13〉 80 ～ 100 本品約 3 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL 及びエタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 4 時間加熱し，以下けん化価の試験を行う．

融 点〈1.13〉 60 ～ 67 ℃

純度試験 パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂 本品をなるべく低温で融解し，エタノール（95）中に滴加して球粒を製し，24 時間空気中に放置した後，これを比重 0.95 及び 0.97 に調製したエタノール（95）及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重 0.95 の混液では沈むか又は懸留し，比重 0.97 の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯 法 容 器 密閉容器．

サラシミツロウ

White Beeswax

CERA ALBA

白蝋

本品は「ミツロウ」を漂白したものである．

性 状 本品は白色～帯黄白色の塊で，特異なにおいがある．

本品は冷時では比較的割りやすく，割面は非結晶粒状性である．

本品はジエチルエーテルに溶けにくく，水又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

酸 価〈1.13〉 5 ～ 9 又は 17 ～ 22. 本品約 6 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（99.5）50 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 mL を加え，以下酸価の試験を行う．ただし，溶媒はあらかじめ中和せずに同様の方法で空試験を行い，補正する．

けん化価〈1.13〉 80 ～ 100 本品約 3 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに入れ，正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL 及びエタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴上で 4 時間加熱し，以下

けん化価の試験を行う．

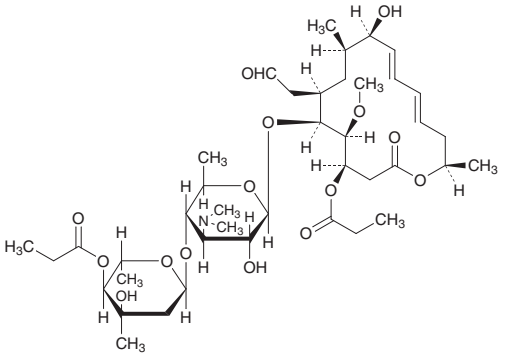
融　点〈1.13〉　60 ～ 67 ℃

純度試験　パラフィン，脂肪，もくろう又は樹脂　本品をなるべく低温で融解し，エタノール（95）中に滴加して球粒を製し，24 時間空気中に放置した後，これを比重 0.95 及び 0.97 に調製したエタノール（95）及び水の混液にそれぞれ投入するとき，球粒は比重 0.95 の混液では沈むか又は懸留し，比重 0.97 の混液では浮かぶか又は懸留する．

貯　法　容　　器　密閉容器．

ミデカマイシン

Midecamycin



$C_{41}H_{67}NO_{15}$：813.97

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[2, 6-Dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propionyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methyl-3-propanonyloxyhexadeca-10, 12-dien-15-olide

[*35457-80-8*]

本品は，*Streptomyces mycarofaciens* の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン（$C_{41}H_{67}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉　153 ～ 158 ℃

純度試験　重金属〈1.07〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉　2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ミデカマイシン標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準溶液は 5 ℃ 以下に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

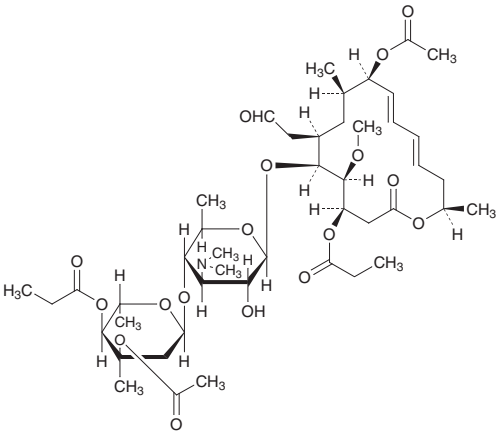
（iv）　試料溶液　本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，水を加えて正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

ミデカマイシン酢酸エステル

Midecamycin Acetate

酢酸ミデカマイシン



$C_{45}H_{71}NO_{17}$：898.04

(3*R*, 4*S*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-9-Acetoxy-5-[3-*O*-acetyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propanonyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10, 12-dien-15-olide

[*55881-07-7*]

本品は，ミデカマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 950

～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミデカマイシン酢酸エステル（$C_{45}H_{71}NO_{17}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミデカマイシン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したミデカマイシン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 % 以下（1.0 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（i）　試験菌　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる．

（ii）　培地　培地（1）の 3）の i を用いる．

（iii）　標準溶液　ミデカマイシン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準溶液は 5 ～ 15 ℃ に保存し，7 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

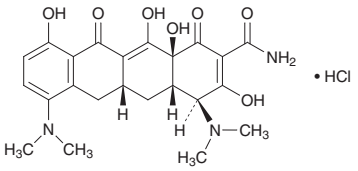
（iv）　試料溶液　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器　気密容器．

ミノサイクリン塩酸塩

Minocycline Hydrochloride

塩酸ミノサイクリン



$C_{23}H_{27}N_3O_7$・HCl：493.94

(4*S*, 4a*S*, 5a*R*, 12a*S*)−4, 7−Bis(dimethylamino)−3, 10, 12, 12a−tetrahydroxy−1, 11−dioxo−1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a−octahydrotetracene−2−carboxamide monohydrochloride　［*13614−98−7*］

本品は，テトラサイクリンの誘導体の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 890 ～ 950 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ミノサイクリン（$C_{23}H_{27}N_3O_7$：457.48）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は *N*, *N*−ジメチルホルムアミドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の塩酸のメタノール溶液（19 → 20000）溶液（1 → 62500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はミノサイクリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 560 nm における吸光度は 0.06 以下である．ただし，試験は溶液調製後，1 時間以内に行う．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 50 mg をとり，移動相 100 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液調製後，速やかに試験を行う．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を

求めるとき，エピミノサイクリンは 1.2 % 以下であり，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外の各々のピーク面積は 1.0 % 以下である．また，ミノサイクリン及びエピミノサイクリン以外の各々のピークの合計面積は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

流量：ミノサイクリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．この条件で，エピミノサイクリンの保持時間は約 10 分である．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミノサイクリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 2 mL をとり，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 μL から得たミノサイクリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 20 μL から得たミノサイクリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉 4.3 ～ 8.0 %（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びミノサイクリン塩酸塩標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ミノサイクリン塩酸塩（$C_{23}H_{27}N_3O_7$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（7 → 250）/*N*,*N*-ジメチルホルムアミド/0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液（11：5：4）をテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を用いて pH を 6.2 に調整する．

流量：ミノサイクリンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ミノサイクリン塩酸塩標準品 0.05 g をとり，水に溶かし 25 mL とする．この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち，水を加えて 25 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，エピミノサイクリン，ミノサイクリンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

試験の再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ミョウバン水

Alum Solution

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物〔$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39〕0.27 ～ 0.33 w/v% を含む．

製　法

硫酸アルミニウムカリウム水和物	3 g
ハッカ水	50 mL
常水又は精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性　状 本品は無色澄明の液で，ハッカ油のにおいがあり，味は渋い．

確認試験

（1） 本品 5 mL に塩化アンモニウム試液 3 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき，白色のゲル状の沈殿を生じ，更にアリザリンレッド S 試液 5 滴を追加するとき，沈殿は赤色に変わる（硫酸アルミニウム）．

（2） 本品 100 mL を蒸発皿にとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水 5 mL に溶かした液はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

定 量 法 本品 50 mL を正確に量り，0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

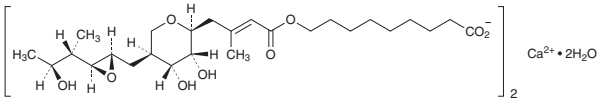
$= 9.488$ mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

ムピロシンカルシウム水和物

Mupirocin Calcium Hydrate

ムピロシンカルシウム　水和物



$C_{52}H_{86}CaO_{18}$・$2H_2O$：1075.34

Monocalcium bis[9-((2*E*)-4-{(2*S*,3*R*,4*R*,5*S*)-5-[(2*S*,3*S*,4*S*,5*S*)-2,3-epoxy-5-hydroxy-4-methylhexyl]-3,4-dihydroxy-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-pyran-2-yl}-3-methylbut-2-enoyloxy)nonanoate] dihydrate　[*115074-43-6*]

本品は，*Pseudomonas fluorescens* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物のカルシウム塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 895 ～ 970 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ムピロシン（$C_{26}H_{44}O_9$：500.62）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の粉末で，味は苦い．

本品はメタノールに溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 200）1 mL に，過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び *N*，*N*′-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え，よく振り混ぜた後，微温湯中に 20 分間放置する．冷後，過塩素酸鉄（Ⅲ）・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 219 ～ 224 nm に吸収の極大を示す．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により測定するとき，波数 1708 cm^{-1}，1648 cm^{-1}，1558 cm^{-1}，1231 cm^{-1}，1151 cm^{-1} 及び 894 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

（4）　本品の水溶液（3 → 1000）は，カルシウム塩の定性反応（3）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16 ～ －20°（脱水物に換算したもの 1 g，メタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　類縁物質　本品約 50 mg を量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）に溶かして 10 mL とし，試料溶液（1）とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液（2）とする．調製した試料溶液は 4 ～ 8 ℃に保存する．試料溶液（1）及び試料溶液（2）20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液（1）及び試料溶液（2）の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，ムピロシンに対する相対保持時間約 0.7 のピークの量（主類縁物質の量）を次式により求めるとき，4.0 % 以下であり，溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計量（類縁物質の合計量）を次式により求めるとき，6.0 % 以下である．

主類縁物質の量（%）

$$= \frac{A_i}{A + A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \dfrac{A \times 100}{A + A_m}}$$

類縁物質の合計量（%）

$$= \frac{A}{A + A_m} \times 100 \times \frac{P \times 100}{100 - \dfrac{A \times 100}{A + A_m}}$$

A：試料溶液（1）から得た溶媒ピーク及びムピロシンのピーク以外のピークの合計面積

A_i：試料溶液（1）から得たムピロシンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク面積

A_m：試料溶液（2）から得たムピロシンのピーク面積を 50 倍した値

P：定量法で求めた本品 1 mg 当たりの力価［mg(力価)］

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後から，ムピロシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液（2）1 mL を正確に量り，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たムピロシンのピーク面積が，試料溶液（2）から得たピーク面積の 4 ～ 6 % になることを確認する．

システムの再現性：試料溶液（2）20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（2）　工程由来の無機塩類　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品及びムピロシンリチウム標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれ pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）に溶かして正確に 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．調製した試料溶液及び標準溶液は 4 ～ 8 ℃に保存する．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のムピロシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ムピロシン（$C_{26}H_{44}O_9$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ムピロシンリチウム標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に

5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 7.71 g を水 750 mL に溶かし，酢酸（100）を用いて pH 5.7 に調整の後，水を加えて 1000 mL とする．この液 300 mL にテトラヒドロフラン 100 mL を加える．

流量：ムピロシンの保持時間が約 12.5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ムピロシンリチウム標準品約 20 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル約 5 mg をとり，pH 4.0 の 0.1 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/テトラヒドロフラン溶液（3 → 4）混液（1：1）に溶かして 200 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ムピロシン，パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し，その分離度は 12 以上である．

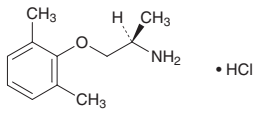
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ムピロシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

メキシレチン塩酸塩

Mexiletine Hydrochloride

塩酸メキシレチン



及び鏡像異性体

$C_{11}H_{17}NO$・HCl：215.72

(1*RS*)−2−(2, 6−Dimethylphenoxy)−1−methylethylamine monohydrochloride ［*5370−01−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メキシレチン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメキシレチン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメキシレチン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をエタノール（95）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.8 ～ 5.8 である．

融　点〈*2.60*〉　200 ～ 204 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たメキシレチンのピーク以外のピークのそれぞれのピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は，定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 20 μL から得たメキシレチンのピーク高さが 5 ～ 10 mm になるように調整する．

面積測定範囲：メキシレチンの保持時間の約 3 倍の範囲，ただし，溶媒のピークは除く．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びメキシレチン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメキシレチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メキシレチン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メキシレチン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸フェネチルアミンの移動相溶液（3 → 5000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に約 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g 及びリン酸二

水素ナトリウム二水和物 3 g を水 600 mL に溶かし，アセトニトリル 420 mL を加える．

流量：メキシレチンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メキシレチンの順に溶出し，その分離度が 9 以上のものを用いる．

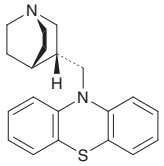
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メキタジン

Mequitazine



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{22}N_2S$：322.47

10-[(3*RS*)-1-Azabicyclo[2.2.2]oct-3-ylmethyl]-10*H*-phenothiazine　[*29216-28-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メキタジン（$C_{20}H_{22}N_2S$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品のメタノール溶液（1 → 50）は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 250000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに，同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　146 ～ 150 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/メタノール/ジエチルアミン混液（7：2：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.25 mg $C_{20}H_{22}N_2S$

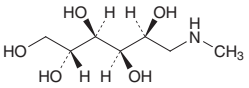
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メグルミン

Meglumine



$C_7H_{17}NO_5$：195.21

1-Deoxy-1-methylamino-D-glucitol　[*6284-40-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メグルミン（$C_7H_{17}NO_5$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 11.0 ～ 12.0 である．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 10）1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）2 mL にメチルレッド試液 1 滴を加え，0.5 mol/L 硫酸試液で中和した後，希水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及びホウ酸 0.5 g を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（3）　本品 0.5 g を薄めた塩酸（1 → 3）1 mL に溶かし，エタノール（99.5）10 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．次に容器の内壁をガラス棒でこすりながら氷冷して更に沈殿を析出させ，ガラスろ過器（G3）を用いて吸引ろ過し，エタノール（99.5）少量で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 149 ～ 152 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－16.0 ～ －17.0°（乾燥後，1 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　128 ～ 131 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.009 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし，希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.019 % 以下）．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6） 還元性物質 本品の水溶液（1 → 20）5 mL にフェーリング試液 5 mL を加え，2 分間煮沸するとき，赤褐色の沈殿を生じない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，水 25 mL に溶かし，0.1 mol/L 塩酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：メチルレッド試液 2 滴）．

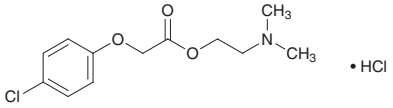
0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 19.52 mg $C_7H_{17}NO_5$

貯 法 容 器 気密容器．

メクロフェノキサート塩酸塩

Meclofenoxate Hydrochloride

塩酸メクロフェノキサート



$C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl：294.17

2-(Dimethylamino)ethyl (4-chlorophenoxy)acetate monohydrochloride ［*3685-84-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メクロフェノキサート塩酸塩（$C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味は苦い．

本品は水又はエタノール（95）に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にエタノール（95）2 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，塩酸ヒドロキシアンモニウムの飽和エタノール（95）溶液 2 滴及び水酸化カリウムの飽和エタノール（95）溶液 2 滴を加え，水浴中で 2 分間加熱する．冷後，希塩酸を加えて弱酸性とし，塩化鉄（Ⅲ）試液 3 滴を加えるとき，液は赤紫色～暗紫色を呈する．

（2） 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし，ライネッケ塩試液 2 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

融 点〈2.60〉 139 ～ 143 ℃

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 有機酸 本品 2.0 g をとり，ジエチルエーテル 50 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過し，残留物はジエチルエーテル 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に中和エタノール 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加え，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき，その消費量は 0.54 mL 以下である．

水 分〈2.48〉 0.50 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

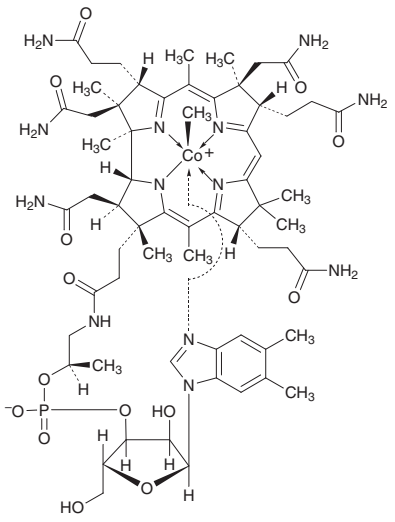
定 量 法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸 70 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸（100）溶液（1 → 100）3 滴）．ただし，滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て微帯緑黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.42 mg $C_{12}H_{16}ClNO_3$・HCl

貯 法 容 器 気密容器．

メコバラミン

Mecobalamin



$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$：1344.38

Coα−[*α*−(5,6−Dimethylbenz−1*H*−imidazolyl)]−*Coβ*−methylcobamide

[*13422−55−4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メコバラミン（$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品の pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 又はメコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水 3 mL を加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム 0.5 g，希酢酸 0.5 mL 及び 1−ニトロソ−2−ナフトール−3,6−ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 → 500）0.5 mL を加えるとき，液は直ちに赤色〜だいだい赤色を呈し，塩酸 0.5 mL を追加し，1 分間煮沸しても液の赤色は消えない．

純度試験

（1）　溶状　本品 20 mg を水 10 mL に溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　定量法で得られた試料溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，メコバラミン以外の各々のピーク面積はメコバラミンのピーク面積の 0.5 % 以下であり，その合計面積は 2.0 % 以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メコバラミンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たメコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μL から得たメコバラミンのピーク面積の 7 〜 13 % になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉　12 % 以下（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びメコバラミン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメコバラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

メコバラミン（$C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメコバラミン標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：266 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 200 mL に pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 800 mL を加え，更に 1−ヘキサンスルホン酸ナトリウム 3.76 g を加えて溶かす．

流量：メコバラミンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シアノコバラミン及び酢酸ヒドロキソコバラミン 5 mg ずつを移動相に溶かし，100 mL

とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，シアノコバラミン，ヒドロキソコバラミンの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．また，標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メコバラミンのピークの理論段数は 6000 段以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

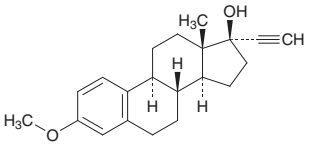
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メストラノール

Mestranol



$C_{21}H_{26}O_2$：310.43

3-Methoxy-19-nor-17α-pregna-1,3,5(10)-trien-20-yn-17-ol ［*72-33-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メストラノール（$C_{21}H_{26}O_2$）97.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，1,4-ジオキサンにやや溶けやすく，エタノール（99.5）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg を硫酸/エタノール（99.5）混液（2：1）1 mL に溶かすとき，液は赤紫色を呈し，黄緑色の蛍光を発する．

（2）　本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメストラノール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメストラノール標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+2 ～ +8°（乾燥後，0.2 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　148 ～ 154 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次 にクロロホルム/エタノール(99.5)混 液（29：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 5）を均等に噴霧した後，105 ℃ で 15 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメストラノール標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（99.5）に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 279 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メストラノール（$C_{21}H_{26}O_2$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：メストラノール標準品の秤取量（mg）

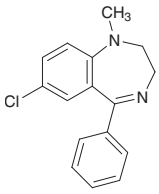
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メダゼパム

Medazepam



$C_{16}H_{15}ClN_2$：270.76

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-1,4-benzodiazepine ［*2898-12-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メダゼパム（$C_{16}H_{15}ClN_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品は 0.01 g をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶か

すとき，液は濃だいだい色を呈し，水浴中で 3 分間加熱するとき，暗赤色に変わる．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉 101 ～ 104 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき，液は淡黄色～黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.5 g をジエチルエーテル 50 mL に溶かし，水 46 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4 mL を加えて振り混ぜ，水層を分取してジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回洗った後，水層をろ過する．ろ液 20 mL をとり，希硝酸を加えて中和し，更に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.018 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 類縁物質　本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/アセトン/アンモニア水（28）混液（60：40：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 27.08 mg $C_{16}H_{15}ClN_2$

貯　法

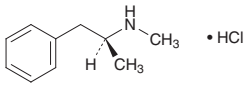
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メタンフェタミン塩酸塩

Methamphetamine Hydrochloride

塩酸メタンフェタミン



$C_{10}H_{15}N \cdot HCl$：185.69

(2*S*)-*N*-Methyl-1-phenylpropan-2-amine monohydrochloride ［*51-57-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メタンフェタミン塩酸塩（$C_{10}H_{15}N \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にヘキサクロロ白金（Ⅳ）酸試液 0.5 mL を加えるとき，だいだい黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL にヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（3） 本品の水溶液（1 → 100）5 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 0.5 mL を加えるとき，黄色の結晶性の沈殿を生じる．

（4） 本品の水溶液（1 → 20）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋16 ～ ＋19°（乾燥後，0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉 171 ～ 175 ℃

純度試験

（1） 酸又はアルカリ　本品 2.0 g を新たに煮沸して冷却した水 40 mL に溶かし，メチルレッド試液 2 滴を加え，試料溶液とする．

（i） 試料溶液 20 mL に 0.01 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（ii） 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 硫酸塩　本品 0.05 g を水 40 mL に溶かし，希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加え，10 分間放置するとき，液は変化しない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 18.57 mg $C_{10}H_{15}N \cdot HCl$

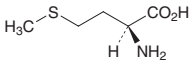
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器.

L-メチオニン

L-Methionine



$C_5H_{11}NO_2S$：149.21

(2*S*)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid

[*63-68-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L-メチオニン（$C_5H_{11}NO_2S$）98.5 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある.

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい.

本品は希塩酸に溶ける.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：+21.0 ～ +25.0°（乾燥後，0.5 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）.

pH〈*2.54*〉　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ～ 6.2 である.

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g を水 20 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 40 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 40 mL とする．ただし，検液及び比較液には硝酸銀試液 10 mL ずつを加える（0.021 % 以下）.

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）.

（4）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）.

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を 100 mL の分解フラスコに入れ，硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し，更に過酸化水素（30）2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）.

（7）　類縁物質　本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）.

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）.

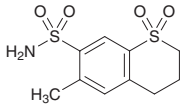
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.92 mg $C_5H_{11}NO_2S$

貯　法　容　　器　気密容器.

メチクラン

Meticrane



$C_{10}H_{13}NO_4S_2$：275.34

6-Methylthiochromane-7-sulfonamide 1,1-dioxide

[*1084-65-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メチクラン（$C_{10}H_{13}NO_4S_2$）98.0 % 以上を含む.

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく，アセトニトリル又はメタノールに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点：約 234 ℃（分解）.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

（1）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.10 g をとり，試験を行

う．比較液にはアンモニウム標準液 3.0 mL を用いる（0.03 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）類縁物質　本品 0.05 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチクラン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチクランのピーク面積より大きくない．

試験条件 1

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（17：3）

流量：メチクランの保持時間が約 7 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性 1

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びカフェイン 0.01 g ずつをアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL につき，試験条件 1 で操作するとき，カフェイン，メチクランの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，試験条件 1 で試験を 6 回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

試験条件 2

検出器，カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する．

移動相：水/アセトニトリル混液（1：1）

流量：メチクランの保持時間が約 2 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチクランの保持時間の約 10 倍の範囲

システム適合性 2

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメチクランのピーク面積が，標準溶液のメチクランのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル 0.02 g ずつをアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とした液 10 μL につき，試験条件 2 で操作するとき，メチクラン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，試験条件 2 で試験を 6 回繰り返すとき，メチクランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

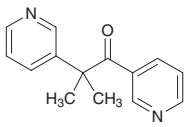
定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし，水 5 mL を加え，0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 27.54 mg $C_{10}H_{13}NO_4S_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

メチラポン

Metyrapone



$C_{14}H_{14}N_2O$：226.27

2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one　［*54-36-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチラポン（$C_{14}H_{14}N_2O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味は苦い．

本品はメタノール，エタノール（95），無水酢酸，クロロホルム，ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく，水にやや溶けにくい．

本品は 0.5 mol/L 硫酸試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ，5 ～ 6 秒間穏やかに加熱して融解し，冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2） 本品の 0.5 mol/L 硫酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 50 ～ 54 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 0.5 g をメタノール 5 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える

(10 ppm 以下).

(3) ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/メタノール混液 (15：1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を温風で約 15 分間乾燥する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (1 g，減圧，シリカゲル，24 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ニトロベンゼン 10 mL 及び無水酢酸 40 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する (電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.31 mg $C_{14}H_{14}N_2O$

貯 法

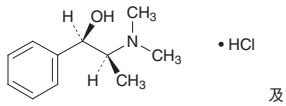
保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

dl−メチルエフェドリン塩酸塩

dl−Methylephedrine Hydrochloride

dl−塩酸メチルエフェドリン



$C_{11}H_{17}NO$・HCl：215.72

(1*RS*, 2*SR*)−2−Dimethylamino−1−phenylpropan−1−ol monohydrochloride [*18760−80−0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，*dl*−メチルエフェドリン塩酸塩 ($C_{11}H_{17}NO$・HCl) 99.0 ～ 101.0 % を含む.

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく，エタノール (99.5) にやや溶けにくく，酢酸 (100) に溶けにくく，無水酢酸にほとんど溶けない.

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない.

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2000) につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(2) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である.

融 点〈*2.60*〉 207 ～ 211 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である.

(2) 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(3) 類縁物質 本品 50 mg を水 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルエフェドリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：257 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える.

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチルエフェドリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たメチルエフェドリンのピーク面積が，標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する.

システムの性能：本品 50 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 0.4 mg を水 50 mL に溶かす．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である.

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メチルエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下 (1 g，105 ℃，3 時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下 (1 g).

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7：3) 80 mL に溶かし，0.1 mol/L

過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 21.57 mg $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

dl−メチルエフェドリン塩酸塩散 10%

10% *dl*−Methylephedrine Hydrochloride Powder

dl−塩酸メチルエフェドリン散

dl−塩酸メチルエフェドリン散 10%

本品は定量するとき，*dl*−メチルエフェドリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$：215.72）9.3 ～ 10.7 % を含む．

製　法

dl−メチルエフェドリン塩酸塩	100 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.5 g に水 100 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜた後，必要ならばろ過する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 250 ～ 253 nm，255 ～ 259 nm 及び 261 ～ 264 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水 25 mL を加え，20 分間激しく振り混ぜて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，必要ならば孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用 *dl*−塩酸メチルエフェドリンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，更に水を加えて溶かし，50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

dl−メチルエフェドリン塩酸塩（$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用 *dl*−塩酸メチルエフェドリンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：257 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する．この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルエフェドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

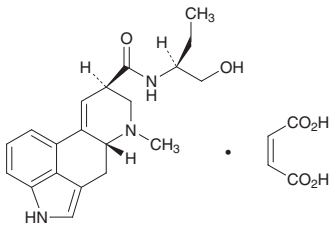
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩

Methylergometrine Maleate

マレイン酸メチルエルゴメトリン



$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：455.50

(8*S*)−*N*−[(1*S*)−1−(Hydroxymethyl)propyl]−6−methyl−9,10−didehydroergoline−8−carboxamide monomaleate

［*7054−07−1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約 190 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 200）は青色の蛍光を発する．

（2）　定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 500）5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，試液の赤色は直ちに消える．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋44 ～ ＋50°（乾燥後，0.1 g，水，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器

を用いて行う．本品 8 mg をエタノール（95)/アンモニア水（28）混液（9：1）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95)/アンモニア水（28）混液（9：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，直ちに薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットし，直ちにクロロホルム/メタノール/水混液（75：25：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（0.2 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

定 量 法 本品及びメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，水に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれを褐色の共栓試験管にとり，氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 4 mL を正確に加え，45 ℃ で 10 分間加温した後，室温で 20 分間放置する．これらの液につき，水 2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠

Methylergometrine Maleate Tablets

マレイン酸メチルエルゴメトリン錠

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するメチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$：455.50）を含む．

製 法 本品は「メチルエルゴメトリンマレイン酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法で得た試料溶液は青色の蛍光を発する．

（2） 定量法で得た呈色液は深青色を呈し，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 543 ～ 547 nm 及び 620 ～ 630 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり，水 10 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜ，崩壊させた後，塩化ナトリウム 3 g 及びアンモニア水（28）2 mL を加える．次にクロロホルム 25 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，5 分間遠心分離して水層を除く．クロロホルム抽出液を分取し，1 mL 中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 5 μg を含む液となるようにクロロホルムを加えて正確に V mL とし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 1.25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，塩化ナトリウム 3 g 及びアンモニア水（28）2 mL を加える．次にクロロホルム 25 mL を正確に加え，10 分間激しく振り混ぜた後，5 分間遠心分離して水層を除き，クロロホルム抽出液を分取し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓遠心沈殿管に入れ，直ちに希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 10 mL を正確に加え，5 分間激しく振り混ぜる．この液を 5 分間遠心分離した後，水層を分取し，1 時間放置する．これらの液につき，希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 250)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 0.13 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，直ちに蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起光波長 338 nm，蛍光波長 427 nm における蛍光の強さ F_T 及び F_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (F_T / F_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 20)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のメチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）約 0.3 mg に対応する量を精密に量り，褐色の分液漏斗に入れ，炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 20）15 mL を加え，クロロホルム 20 mL ずつで 4 回抽出する．抽出液は別の乾燥した褐色の分液漏斗に，あらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いて順次ろ過し，全ろ液を合わせ試料溶液とする．別にメチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，褐色の分液漏斗に入れ，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液の全量に，希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液 25 mL ずつを正確に加え，5 分間激しく振り混ぜ，30 分間放置する．水層を分取し，遠心分離した後 1 時間放置する．これらの液につき，希 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄（Ⅲ）試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 545 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩（$C_{20}H_{25}N_3O_2 \cdot C_4H_4O_4$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (3 / 100)$

W_S：メチルエルゴメトリンマレイン酸塩標準品の秤取量（mg）

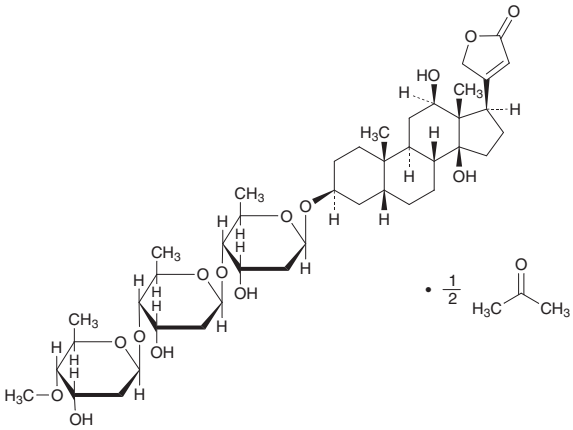
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メチルジゴキシン

Metildigoxin



$C_{42}H_{66}O_{14} \cdot \frac{1}{2} C_3H_6O$：824.00

3β-[2,6-Dideoxy-4-*O*-methyl-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β-card-20(22)-enolide—acetone（2/1）

[*30685-43-9*，アセトン和していないもの]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルジゴキシン（$C_{42}H_{66}O_{14} \cdot \frac{1}{2} C_3H_6O$）96.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミド，ピリジン又は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 2 mg を酢酸（100）2 mL に溶かし，塩化鉄（Ⅲ）試液 1 滴を加えてよく振り混ぜた後，硫酸 2 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面は褐色を呈する．また，酢酸層は徐々に濃青色を呈する．

（2）　本品 2 mg を 1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL に溶かし，テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール（95）溶液（1 → 200）2 mL を加えて振り混ぜるとき，液は徐々に紫色を呈し，次に青紫色となる．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルジゴキシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルジゴキシン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後，アセトンを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{546.1}$：＋22.0 ～ ＋25.5°（脱水物に換算したもの 1 g，ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1） ヒ素〈1.11〉 本品 0.5 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（4 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 0.010 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-ブタノン/クロロホルム混液（3：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

アセトン 本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 10 mL とし，試料溶液とする．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド約 10 mL を入れた 50 mL のメスフラスコを用い，アセトン約 0.4 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に *N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，アセトンの量は 2.0 ～ 5.0 % である．

アセトンの量（%）＝（W_S / W_T）×（Q_T / Q_S）

W_S：アセトンの秤取量（g）
W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液 *t*-ブチルアルコールの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 2000）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 2 mm，長さ 1 ～ 2 m のガラス管に 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用多孔性エチルビニルベンゼン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする．

カラム温度：170 ～ 230 ℃ の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：アセトンの保持時間が約 2 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 1 μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，*t*-ブチルアルコールの順に流出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

水 分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品及びメチルジゴキシン標準品約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに 2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 25 mL とし，20±0.5 ℃ に 20 分間放置する．これらの液につき，2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 25 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 495 nm における吸光度を 5 分ごとに測定し，それぞれの最大値 A_T 及び A_S を求める．

メチルジゴキシン（$C_{42}H_{66}O_{14}\cdot\frac{1}{2}C_3H_6O$）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメチルジゴキシン標準品の秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

メチルセルロース

Methylcellulose
Cellulose, methyl ether
［9004-65-5］

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す．

本品はセルロースのメチルエーテルである．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メトキシ基（$-OCH_3$：31.03）26.0 ～ 33.0 % を含む．

本品はその粘度をミリパスカル秒（mPa·s）の単位で表示する．

◆**性 状** 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒である．

本品はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品に水を加えるとき，膨潤し，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．◆

確認試験

（1） 本品 1.0 g をビーカーに入れた水 100 mL の表面に，必要ならばビーカーの上縁部を穏やかにたたきながら，均一に分散し，放置するとき，水面上で凝集する．

（2） 本品 1.0 g を熱湯 100 mL に加え，かき混ぜるとき，懸濁液となる．この懸濁液を 5 ℃ に冷却し，かき混ぜるとき，澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる．

（3） （2）の試験終了後の溶液 0.1 mL に薄めた硫酸（9 → 10）9 mL を加えて振り混ぜ，水浴中で正確に 3 分間加熱した後，直ちに氷水浴中で冷却し，ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え，振り混ぜて 25 ℃ で放置するとき，液は紅色を呈し，更に 100 分間放置後も紫色に変化しない．

（4） （2）の試験終了後の溶液 2 ～ 3 mL をスライドガラス上に薄く塗り，水を蒸発させるとき，透明なフィルム膜

を形成する．

（5） 水 50 mL を正確に量り，（2）の試験終了後の溶液 50 mL を正確に加え，かき混ぜながら 1 分間に 2 ～ 5 ℃上昇するように加温する．液の白濁が増加し始める温度を凝集温度とするとき，50 ℃ 以上である．

粘　度〈2.53〉

第 1 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 未満のものに適用する．本品の換算した乾燥物 4.000 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 200.0 g とし，容器にふたをした後，かき混ぜ機を用いて均一な分散液となるまで毎分 350 ～ 450 回転で 10 ～ 20 分間かき混ぜる．必要ならば容器の器壁に付着した試料をかき取り，分散液に加えた後，5 ℃ 以下の水浴中で 20 ～ 40 分間かき混ぜながら溶解する．必要ならば冷水を加えて 200.0 g とし，溶液中又は液面に泡を認めるときは遠心分離などで除き，試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1 ℃ で粘度測定法第 1 法により試験を行うとき，表示粘度の 80 ～ 120 % である．

第 2 法：本品の表示粘度が 600 mPa･s 以上のものに適用する．本品の換算した乾燥物 10.00 g に対応する量を広口瓶に正確に量り，熱湯を加えて 500.0 g とし，以下第 1 法と同様に操作して試料溶液とする．試料溶液につき，20±0.1 ℃ で粘度測定法第 2 法の単一円筒形回転粘度計により，次の条件で試験を行うとき，表示粘度の 75 ～ 140 % である．

操作条件

装置機種：ブルックフィールド型粘度計 LV モデル

円筒番号，回転数及び換算乗数：表示粘度の区分で定めた以下の表に従う．

表示粘度 (mPa･s)		円筒番号	回転数 /分	換算乗数
600 以上	1400 未満	3	60	20
1400 以上	3500 未満	3	12	100
3500 以上	9500 未満	4	60	100
9500 以上	99500 未満	4	6	1000
99500 以上		4	3	2000

装置の操作：装置を作動させ，2 分間回転させてから粘度計の測定値を読み取り，2 分間停止する．同様の操作を 2 回繰り返し，3 回の測定値を平均する．

pH〈2.54〉 粘度試験の試料溶液を 20±2 ℃ とし，5 分間放置した液の pH は 5.0 ～ 8.0 である．

純度試験　重金属　本品 1.0 g を 100 mL のケルダールフラスコにとり，硝酸/硫酸混液（5：4）を試料が十分に潤うまで加えて穏やかに加熱する．この操作を硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を使用するまで繰り返す．液が黒色に変化するまで穏やかに煮沸する．冷後，硝酸 2 mL を加え，液が黒色に変化するまで再び加熱する．この操作を繰り返し，液が黒色に変化しなくなった後，濃い白煙を生じるまで強く加熱する．冷後，水 5 mL を加え，濃い白煙を生じるまで穏やかに煮沸し，更に液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 5 mL を加えたとき，液がなお黄色を呈するときは，過酸化水素（30）1 mL を加え，液量が 2 ～ 3 mL になるまで加熱する．冷後，水 2 ～ 3 mL を加えて希釈した液をネスラー管に入れ，水を加えて 25 mL とし，検液とする．別に鉛標準液 2.0 mL を 100 mL のケルダールフラスコに入れ，硝酸/硫酸混液（5：4）18 mL を加え，更に検液の調製に用いた同量の硝酸を加え，濃い白煙を生じるまで加熱する．冷後，水 10 mL を加え，検液の調製に過酸化水素（30）を用いた場合には，その同量を加え，以下検液の調製と同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にアンモニア水（28）を加え，液の pH を 3.0 ～ 4.0 に調整し，水を加えて 40 mL とする．更にそれぞれチオアセトアミド・グリセリン塩基性試液 1.2 mL，pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，5 分間放置した後，両管を白色の背景を用い，上方から観察して液の色を比較する．検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（1 g，105 ℃，1 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.5 % 以下（1 g）．

定 量 法

（i） 装置　分解瓶：5 mL の耐圧セラムバイアルで，外径 20 mm，高さ 50 mm，首部の外径 20 mm 及び内径 13 mm，セプタムは表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム製で，アルミニウム製のキャップを用いてセラムバイアルに固定して密栓できるもの．又は同等の構造を持つもの．

加熱器：角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20 mm，深さ 32 mm の穴をあけたもので，分解瓶に適合するもの．加熱器はマグネチックスターラーを用いて分解瓶の内容物をかき混ぜる構造を有するか，又は振とう器に取り付けられて，毎分約 100 回の往復振とうができるもの．

（ii） 操作法　本品約 65 mg を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え，直ちに密栓し，その質量を精密に量る．分解瓶の内容物の温度が 130±2 ℃ になるようにブロックを加熱しながら，加熱器に付属したマグネチックスターラー又は振とう器を用いて 60 分間かき混ぜる．マグネチックスターラー又は振とう器が使えない場合には，加熱時間の初めの 30 分間，5 分ごとに手で振り混ぜる．冷後，その質量を精密に量り，減量が内容物質量の 0.50 % 以下又は内容物の漏れがないとき，混合物の上層を試料溶液とする．別にアジピン酸 0.06 ～ 0.10 g，内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり，直ちに密栓し，その質量を精密に量り，マイクロシリンジを用いセプタムを通して定量用ヨードメタン 45 μL を加え，その質量を精密に量る．分解瓶を振り混ぜた後，内容物の上層を標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 1 ～ 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するヨードメタンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトキシ基（CH_3O）の量（%）

$= (Q_T / Q_S) \times (W_S / W) \times 21.86$

W_S：定量用ヨードメタンの秤取量（mg）

W：乾燥物に換算した本品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクタンの *o*−キシレン溶液（3 → 100）

試験条件

検出器：熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 ～ 4 mm，長さ 1.8 ～ 3 m のガラス管に，ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 125 ～ 150 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 20 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム，水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素．

流量：内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する．

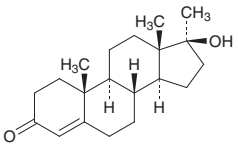
システム適合性

システムの性能：標準溶液 1 ～ 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，ヨードメタン，内標準物質の順に流出し，それぞれのピークは完全に分離する．

◆貯　法　容　　器　密閉容器.◆

メチルテストステロン

Methyltestosterone



$C_{20}H_{30}O_2$：302.45

17β-Hydroxy-17α-methylandrost-4-en-3-one ［*58-18-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルテストステロン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルテストステロン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+79 ～ +85°（乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　163 ～ 168 ℃

純度試験　類縁物質　本品 40 mg をエタノール（95）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ジエチルアミン混液（19：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），10 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）

流量：メチルテストステロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準溶液，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メチルテストステロン錠
Methyltestosterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90.0 ～ 110.0 % に対応するメチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$：302.45）を含む．

製　法　本品は「メチルテストステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「メチルテストステロン」10 mg に対応する量をとり，アセトン 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を蒸発乾固し，残留物をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品 10 mg をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/エタノール（95）混液（9：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて崩壊させ，メタノール 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，1 mL 中にメチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）約 10 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水 5 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし，更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 10)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）約 25 mg に対応する量を精密に量り，メタノール約 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，試料溶液とする．別にメチルテストステロン標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 10 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，メタノールを加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルテストステロン（$C_{20}H_{30}O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (5 / 4)$

W_S：メチルテストステロン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液（1 → 10000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：241 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（11：9）

流量：メチルテストステロンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

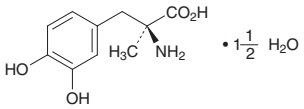
システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，メチルテストステロンの順に溶出し，その分離度は 9 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準溶液のピーク面積に対するメチルテストステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

メチルドパ水和物
Methyldopa Hydrate
メチルドパ



$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：238.24
(2*S*)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-2-methylpropanoic acid sesquihydrate ［*41372-08-1*］

本品を定量するとき，換算した脱水物に対し，メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$：211.21）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸（100）に溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.01 g にニンヒドリン試液 3 滴を加え，水浴中で 3 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 25000）につ

き，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルドパ標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：−25 ～ −28°（脱水物に換算したもの 1 g，塩化アルミニウム（Ⅲ）試液，20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて振り混ぜ，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加えるとき，液の色は黄色である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かす．これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（5） 3-*O*-メチルメチルドパ 本品 0.10 g をとり，メタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，薄層クロマトグラフィー用 3-*O*-メチルメチルドパ 5 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（13：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧し，薄層板を風乾する．更に，これに炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 4）を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

水分〈2.48〉 10.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 21.12 mg $C_{10}H_{13}NO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する．

容器 密閉容器．

メチルドパ錠

Methyldopa Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$：211.21）を含む．

製法 本品は「メチルドパ水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「メチルドパ水和物」0.1 g に対応する量をとり，水 10 mL を加え，時々振り混ぜながら水浴中で 5 分間加熱する．冷後，毎分 2000 回転で 5 分間遠心分離し，上澄液 1 滴をろ紙に付け，温風で乾燥した後，これにニンヒドリン試液 1 滴を重ねて付け，100 ℃ で 5 分間加熱するとき，紫色を呈する．

（2） （1）の上澄液 0.5 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液 2 mL，酒石酸鉄（Ⅱ）試液 2 mL 及びアンモニア試液 4 滴を加えて振り混ぜるとき，液は暗紫色を呈する．

（3） （1）の上澄液 0.7 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とする．この液 10 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 283 nm に吸収の極大を示す．

溶出性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 30 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）約 25 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用メチルドパ（別途 125 ℃，2 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 56 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 60 分間の溶出率は 75 % 以上である．

メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_S：乾燥物に換算した定量用メチルドパの秤取量（mg）

C：1 錠中のメチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液 50 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜ，更に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にメチルドパ標準品（別途 125 ℃，2 時間で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 0.11 g を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに酒石酸鉄（Ⅱ）試液 5 mL を正確に加え，更に pH 8.5 のアンモ

ニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．これらの液につき，0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

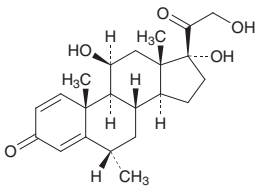
メチルドパ（$C_{10}H_{13}NO_4$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：乾燥物に換算したメチルドパ標準品の秤取量（mg）

貯　法　容　　器　密閉容器．

メチルプレドニゾロン

Methylprednisolone



$C_{22}H_{30}O_5$：374.47

11*β*,17,21-Trihydroxy-6*α*-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione　［*83-43-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロン（$C_{22}H_{30}O_5$）96.0 ～ 104.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノール又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：232 ～ 240 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき，濃赤色を呈し，この液は蛍光を発しない．この液に水 10 mL を加えるとき，液の濃赤色は退色し，灰色の綿状の沈殿を生じる．

（2）　本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし，フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき，赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：+79 ～ +86°（乾燥後，0.1 g，1,4-ジオキサン，10 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（9：1）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液（385：75：40：6）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これを 105 ℃ で 10 分間加熱し，冷後，アルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.2 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 243 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

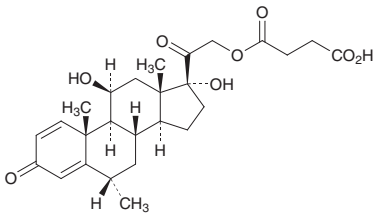
メチルプレドニゾロン（$C_{22}H_{30}O_5$）の量（mg）
= $(A / 400) \times 10000$

貯　法　容　　器　気密容器．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル

Methylprednisolone Succinate

コハク酸メチルプレドニゾロン



$C_{26}H_{34}O_8$：474.54

11β,17,21-Trihydroxy-6α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-(hydrogen succinate)　［*2921-57-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{26}H_{34}O_8$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：約 235 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品をそれぞれエタ

ノール（95）に溶かした後，エタノールを蒸発し，残留物を乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

旋光度〈2.49〉〔α〕$^{25}_{D}$：＋99 ～ ＋103°（乾燥後，0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 15 mg をメタノール 5 mL に溶かし，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 1 mL を正確に量り，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確に量り，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．また，試料溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積が，標準溶液のメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（0.5 g）．

定量法 本品及びメチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品を乾燥し，その約 15 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノール 5 mL に溶かし，pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メチルプレドニゾロンコハク酸エステル（$C_{26}H_{34}O_8$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：メチルプレドニゾロンコハク酸エステル標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの pH 3.5 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（1：1）溶液（3 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 1000 mL に 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加えて pH 5.5 に調整する．この液 640 mL にアセトニトリル 360 mL を加える．

流量：メチルプレドニゾロンコハク酸エステルの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メチルプレドニゾロンコハク酸エステル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

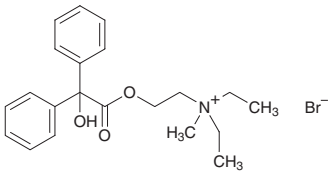
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメチルプレドニゾロンコハク酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法 容器 気密容器．

メチルベナクチジウム臭化物

Methylbenactyzium Bromide

臭化メチルベナクチジウム



$C_{21}H_{28}BrNO_3$：422.36

N,N-Diethyl-2-[(hydroxyl)(diphenyl)acetoxy]-*N*-methylethylaminium bromide ［*3166-62-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メチルベナクチジウム臭化物（$C_{21}H_{28}BrNO_3$）99.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は極めて苦い．

本品は水又は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール

(95) にやや溶けやすく，無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100）0.5 mL に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 5 mL，ブロモチモールブルー試液 2 ～ 3 滴及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する．

（2） 本品約 1 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，5 分間放置した後，希塩酸 5 mL を加え，沈殿をろ取し，水でよく洗い，水/エタノール（95）混液（10：3）から再結晶し，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 145 ～ 150 ℃ であり，更に約 200 ℃ まで加熱を続けるとき，赤色を呈する．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

融　点〈*2.60*〉 168 ～ 172 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 42.24 mg $C_{21}H_{28}BrNO_3$

貯 法 容　器　気密容器．

メチルロザニリン塩化物

Methylrosanilinium Chloride

塩化メチルロザニリン

クリスタルバイオレット

$C_{25}H_{30}ClN_3$：407.98

本品はヘキサメチルパラロザニリン塩化物で，通例，ペンタメチルパラロザニリン塩化物及びテトラメチルパラロザニリン塩化物を含む．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メチルロザニリン塩化物〔ヘキサメチルパラロザニリン塩化物（$C_{25}H_{30}ClN_3$）として〕96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は緑色の金属光沢のある砕片又は暗緑色の粉末で，においはないか，又はわずかににおいがある．

本品はエタノール（95）にやや溶けやすく，水にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 1 mg を硫酸 1 mL に加えるとき，だいだい色～赤褐色を呈して溶ける．この液に水を滴加するとき，液は褐色から緑色を経て青色に変わる．

（2） 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし，塩酸 5 滴を加え，試料溶液とする．試料溶液 5 mL にタンニン酸試液を滴加するとき，深青色の沈殿を生じる．

（3） （2）の試料溶液 5 mL に亜鉛粉末 0.5 g を加えて振り混ぜるとき，液の色は消える．この液 1 滴をろ紙上に滴下し，そのすぐ横にアンモニア試液 1 滴を滴下するとき，両液の接触部は青色を呈する．

純度試験

（1） エタノール不溶物　本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，エタノール（95）50 mL を加え，還流冷却器を付け，水浴中で 15 分間加熱した後，沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，洗液が紫色を呈しなくなるまで温エタノール（95）で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 % 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） 亜鉛　本品 0.10 g に硫酸 0.1 mL を加え，強熱して灰化し，冷後，希塩酸 5 mL，希硝酸 0.5 mL 及び水 4 mL を加えて煮沸し，アンモニア試液 5 mL を加え，更に煮沸してろ過する．ろ液に硫化ナトリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 0.40 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 1.5 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 0.4 g を精密に量り，広口三角フラスコに入れ，水 25 mL 及び塩酸 10 mL を加えて溶かし，二酸化炭素を通じながら 0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 50 mL を正確に加え，沸騰するまで加熱し，更にしばしば振り動かしながら 15 分間穏やかに煮沸する．続いて二酸化炭素を通じながら冷却し，過量の塩化チタン（Ⅲ）を 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：チオシアン酸アンモニウム試液 5 mL）．ただし，滴定の終点は液がわずかに赤色を帯びるときとする．同様の方法で空試験を行う．

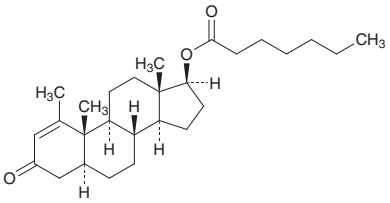
0.1 mol/L 塩化チタン（Ⅲ）液 1 mL ＝ 20.40 mg $C_{25}H_{30}ClN_3$

貯 法 容　器　気密容器．

メテノロンエナント酸エステル

Metenolone Enanthate

エナント酸メテノロン



$C_{27}H_{42}O_3$：414.62

1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl heptanoate

［*303-42-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95），アセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール，酢酸エチル，ジエチルエーテル，シクロヘキサン，石油エーテル又はトルエンに溶けやすく，ゴマ油にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 1 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）5 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱するとき，液は，赤褐色を呈する．

（2）　本品 0.05 g をメタノール 3 mL に溶かし，炭酸カリウム溶液（1 → 6）0.3 mL を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，冷後，この液を冷水 50 mL 中に徐々に加え，15 分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ取し，洗液が中性になるまで水で洗い，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 156 ～ 162 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39 ～ ＋43°（乾燥後，0.2g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈*2.60*〉　67 ～ 72 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.5 g を 1,4-ジオキサン 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）の量（mg）
$= (A / 325) \times 100000$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メテノロンエナント酸エステル注射液

Metenolone Enanthate Injection

エナント酸メテノロン注射液

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するメテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$：414.62）を含む．

製　法　本品は「メテノロンエナント酸エステル」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は微黄色澄明の油液である．

確認試験

（1）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.1 g に対応する容量をとり，石油エーテル 20 mL を加え，薄めた酢酸（100）（5 → 7）20 mL ずつで 3 回抽出する．抽出液を合わせ，石油エーテル 20 mL で洗った後，氷冷しながら冷水 300 mL を加え，よくかき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ取し，洗液が中性となるまで水で洗い，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 6 時間乾燥したものにつき，「メテノロンエナント酸エステル」の確認試験（1）を準用する．

（2）　本品の表示量に従い「メテノロンエナント酸エステル」0.01 g に対応する容量をとり，クロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．別にメテノロンエナント酸エステル 0.01 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にトルエンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．更に，酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のメテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用エナント酸メテノロンをデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量

り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，イソニアジド試液 10 mL を正確に加え，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，60 分間放置する．これらの液につき，クロロホルム 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 384 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

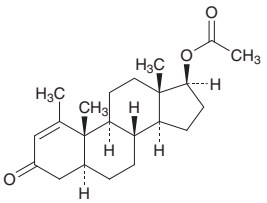
メテノロンエナント酸エステル（$C_{27}H_{42}O_3$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用エナント酸メテノロンの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．

メテノロン酢酸エステル

Metenolone Acetate
酢酸メテノロン



$C_{22}H_{32}O_3$：344.49
1-Methyl-3-oxo-5α-androst-1-en-17β-yl acetate
［*434-05-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メテノロン酢酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）97.0 ～ 103.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はアセトン，1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテル又はゴマ油にやや溶けにくく，ヘキサン又は石油エーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品 1 mg を硫酸/エタノール（95）混液（1：1）5 mL に溶かし，水浴中で 30 分間加熱するとき，液は赤褐色を呈する．
（2）　本品 0.01 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え，水浴上で 1 分間加熱する．冷後，薄めた硫酸（1 → 2）0.5 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，酢酸エチルのにおいを発する．
（3）　本品 0.05 g をメタノール 3 mL に溶かし，炭酸カリウム溶液（1 → 6）0.3 mL を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸し，冷後，この液を冷水 50 mL 中に徐々に加え，15 分間かき混ぜる．生じた沈殿をガラスろ過器（G4）で吸引ろ過し，水 10 mL で洗った後，105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点〈2.60〉は 157 ～ 161 ℃ である．
（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉　$[\alpha]_D^{20}$：+39 ～ +42°（乾燥後，0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

融　点〈2.60〉　141 ～ 144 ℃

純度試験
（1）　溶状　本品 0.50 g を 1,4-ジオキサン 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．
（2）　重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（3）　類縁物質　本品 35 mg をクロロホルム 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液（1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉　0.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

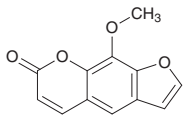
定 量 法　本品を乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 242 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する．

メテノロン酢酸エステル（$C_{22}H_{32}O_3$）の量（mg）
$= (A / 391) \times 10000$

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

メトキサレン

Methoxsalen



$C_{12}H_8O_4$：216.19
9-Methoxy-7*H*-furo[3,2-*g*]chromen-7-one　［*298-81-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトキサレン（$C_{12}H_8O_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，にお

い及び味はない．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希硝酸 5 mL を加え，加熱するとき，液は黄色を呈する．この液に水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）を加えてアルカリ性とするとき，液の色は赤褐色に変わる．

（2） 本品 0.01 g に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき，液は黄色を呈する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトキサレン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 145 ～ 149 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 2 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/ヘキサン/酢酸エチル混液（40：10：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水　分〈2.48〉 0.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びメトキサレン標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをエタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．これらの液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 25 mL とする．更に，これらの液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 300 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトキサレンの量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメトキサレン標準品の秤取量（mg）

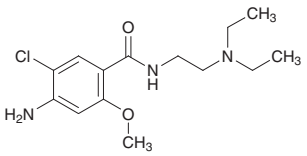
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

メトクロプラミド

Metoclopramide



$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80

4-Amino-5-chloro-*N*-[(2-diethylamino)ethyl]-2-methoxybenzamide　[*364-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく，エタノール（95），無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品 0.01 g に希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，この液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき，赤だいだい色の沈殿を生じる．

（3） 本品 0.1 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かした後，水を加えて 100 mL とする．この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 146 ～ 149 ℃

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/アンモニア水（28）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに

紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL を加えて溶かし，無水酢酸 5 mL を加え，5 分間加温する．冷後，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.98 mg $C_{14}H_{22}ClN_3O_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

メトクロプラミド錠
Metoclopramide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するメトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$：299.80）を含む．

製 法 本品は「メトクロプラミド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「メトクロプラミド」50 mg に対応する量をとり，0.5 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え，70 ℃ の水浴中でしばしば振り混ぜながら 15 分間加温する．冷後，この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 5 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液 1 mL を加えるとき，液は黄色を呈する．

（2） 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 270 ～ 274 nm 及び 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とする．この液を 10 分間遠心分離し，上澄液 4 mL を正確に量り，1 mL 中にメトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）約 12 μg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加え，正確に V mL とし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 308 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 1000)$

W_S：定量用メトクロプラミドの秤取量（mg）

溶 出 性 別に規定する．

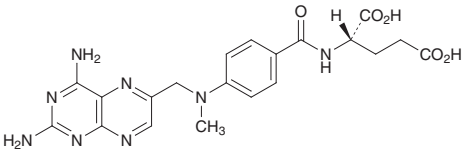
定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）約 75 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 300 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし，10 分間遠心分離する．上澄液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用メトクロプラミドを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 308 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メトクロプラミド（$C_{14}H_{22}ClN_3O_2$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用メトクロプラミドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

メトトレキサート
Methotrexate



$C_{20}H_{22}N_8O_5$：454.44
N-{4-[(2,4-Diaminopteridin-6-ylmethyl)(methyl)amino]benzoyl}-L-glutamic acid
[*59-05-2*]

本品は 4-アミノ-10-メチル葉酸及び近縁化合物の混合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メトトレキサート（$C_{20}H_{22}N_8O_5$）94.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は黄褐色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けにくく，水，アセトニトリル，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希水酸化ナトリウム試液又は希炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品 1 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメトトレキサート標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに

同様の強度の吸収を認める．

水　分〈2.48〉　水分測定用ピリジン 5 mL 及び水分測定用メタノール 20 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定〈2.50〉する．次に本品約 0.2 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，30 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 12.0 % 以下である．

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品及びメトトレキサート標準品約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 250 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトトレキサートのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

メトトレキサート（$C_{20}H_{22}N_8O_5$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したメトトレキサート標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：302 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液/アセトニトリル混液（89：11）

流量：メトトレキサートの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品及び葉酸 10 mg ずつを移動相 100 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，葉酸，メトトレキサートの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

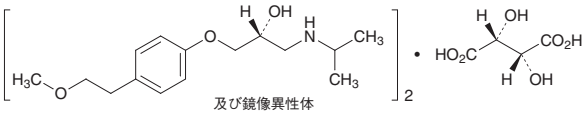
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メトプロロール酒石酸塩

Metoprolol Tartrate

酒石酸メトプロロール



$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81

(2*RS*)-1-Isopropylamino-3-[4-(2-methoxyethyl)phenoxy]propan-2-ol hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

[*56392-17-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール（95）又は酢酸（100）に溶けやすい．

旋光度 〔α〕$^{20}_{D}$：+ 7.0 ～ + 10.0°（乾燥後，1 g，水，50 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品をアセトン溶液（23 → 1000）から再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3） 本品の水溶液（1 → 5）は酒石酸塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

pH〈2.54〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアンモニア水をガラス容器に入れ，酢酸エチル/メタノール混液（4：1）を展開溶媒とした展開用容器中に静置し，飽和させた後，約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは 3 個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くな

い．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 34.24 mg $(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯 法 容 器 密閉容器．

メトプロロール酒石酸塩錠

Metoprolol Tartrate Tablets

酒石酸メトプロロール錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$：684.81）を含む．

製 法 本品は「メトプロロール酒石酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「メトプロロール酒石酸塩」10 mg に対応する量をとり，エタノール（95）100 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 274 ～ 278 nm 及び 281 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，表示量に従い「メトプロロール酒石酸塩」10 mg 当たり水 1 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，エタノール（95）75 mL を加え，更に 15 分間振り混ぜ，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 0.1 mg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水 5 mL を加えて溶かし，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，エタノール（95）を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 5)$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 22 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 56 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 8 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のメトプロロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 80 % 以上である．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）
C：1 錠中のメトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の表示量（mg）

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトプロロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）約 0.12 g に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）60 mL 及び内標準溶液 10 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）を加えて 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用酒石酸メトプロロールを 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.12 g を精密に量り，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）60 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，エタノール（99.5）/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトプロロール酒石酸塩（$(C_{15}H_{25}NO_3)_2 \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用酒石酸メトプロロールの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのエタノール

(99.5)/1 mol/L 塩酸試液混液（100：1）溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0 g を水 1000 mL に溶かし，薄めた過塩素酸（17 → 2000）を加え，pH 3.2 に調整する．この液 750 mL にアセトニトリル 250 mL を加える．

流量：メトプロロールの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトプロロール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

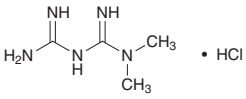
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトプロロールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密閉容器．

メトホルミン塩酸塩

Metformin Hydrochloride

塩酸メトホルミン



$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$：165.62

1, 1-Dimethylbiguanide monohydrochloride

［*1115-70-4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けにくく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

融点：約 221 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2） 類縁物質 本品 2.5 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．別に 1-シアノグアニジン 0.10 g を水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 4-メチル-2-ペンタノン/2-メトキシエタノール/水/酢酸（100）混液（30：20：5：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 105 ℃ で 10 分間乾燥する．これにペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，標準溶液（2）から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下であり，標準溶液（3）から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液（3）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL に溶かし，無水酢酸 40 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 4.141 mg $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器．

メトホルミン塩酸塩錠

Metformin Hydrochloride Tablets

塩酸メトホルミン錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するメトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$：165.62）を含む．

製 法 本品は「メトホルミン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「メトホルミン塩酸塩」250 mg に対応する量をとり，2-プロパノール 25 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液を 40 ℃ の水浴中で減圧留去して得た残留物につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3370 cm^{-1}，3160 cm^{-1}，1627 cm^{-1}，1569 cm^{-1} 及び 1419 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶 出 性　別に規定する．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）約 0.15 g に対応する量を精密に量り，水/アセトニトリル混液（3：2）70 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて正確に 100 mL とし，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターを用いてろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メトホルミンを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 0.15 g を精密に量り，水/アセトニトリル混液（3：2）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，水/アセトニトリル混液（3：2）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メトホルミン塩酸塩（$C_4H_{11}N_5$・HCl）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸メトホルミンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル 0.3 g を水/アセトニトリル混液（3：2）100 mL に溶かす．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 0.8 g を薄めたリン酸（1 → 2500）620 mL に溶かし，アセトニトリル 380 mL を加える．

流量：メトホルミンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

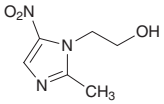
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトホルミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で，試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメトホルミンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容　器　密閉容器．

メトロニダゾール

Metronidazole



$C_6H_9N_3O_3$：171.15

2-(2-Methyl-5-nitro-1*H*-imidazol-1-yl)ethanol ［*443-48-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトンにやや溶けにくく，水に溶けにくい．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は光によって黄褐色になる．

確認試験

（1） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈2.60〉 159 ～ 163 ℃

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 2-メチル-5-ニトロイミダゾール　本品 0.10 g をアセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 20 mg をアセトンに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸エチル混液（8：1：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）．ただし，滴定の終点は液のだいだい黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 17.12 mg $C_6H_9N_3O_3$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メトロニダゾール錠

Metronidazole Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するメトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$：171.15）を含む．

製　法　本品は「メトロニダゾール」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 275 ～ 279 nm に吸収の極大を示す．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メトロニダゾール」0.20 g に対応する量をとり，アセトン 20 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にメトロニダゾール 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにアセトン/水/酢酸エチル混液（8：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水/メタノール混液（1：1）25 mL を加え，25 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/エタノール混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：定量用メトロニダゾールの秤取量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）約 0.25 g に対応する量を精密に量り，水/メタノール混液（1：1）25 mL を加え，10 分間激しく振り混ぜた後，水/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて正確に 100 mL とする．この液を孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 3 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用メトロニダゾールをシリカゲルを乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，水/メタノール混液（4：1）を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のメトロニダゾールのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

メトロニダゾール（$C_6H_9N_3O_3$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 10$

W_S：定量用メトロニダゾールの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：320 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（4：1）

流量：メトロニダゾールの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

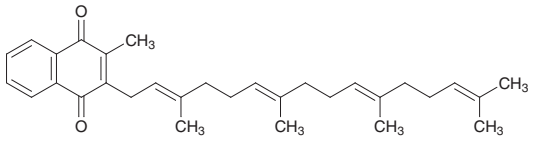
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，メトロニダゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メトロニダゾールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

メナテトレノン

Menatetrenone



$C_{31}H_{40}O_2$：444.65

2-Methyl-3-[(2*E*,6*E*,10*E*)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraen-1-yl]-1,4-naphthoquinone　[*863-61-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メナテトレノン（$C_{31}H_{40}O_2$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色の結晶，結晶性の粉末，ろうようの塊又は油状である．

本品はヘキサンに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，2-プロパノールにやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって分解し，着色が強くなる．

融点：約 37 ℃

確認試験

（1）　本品 0.1 g にエタノール（99.5）5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加えるとき，液は青色を呈し，放置する

とき，青紫色から赤紫色を経て赤褐色に変わる．

（2） 本品につき，必要ならば加温融解した後，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の液膜法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はメナテトレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） メナジオン 本品 0.20 g に薄めたエタノール（99.5）（1 → 2）5 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 0.5 mL に 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール（99.5）溶液（1 → 20）1 滴及びアンモニア水（28）1 滴を加え，2 時間放置するとき，液は青紫色を呈しない．

（3） シス体 本品 0.10 g をヘキサン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，ヘキサンを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン/ジ-*n*-ブチルエーテル混液（17：3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポットに対する相対 R_f 値 1.1 のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（4） その他の類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.10 g をエタノール（99.5）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメナテトレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメナテトレノンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とする．この液 20 μL から得たメナテトレノンのピーク面積が，標準溶液のメナテトレノンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メナテトレノンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

水 分〈2.48〉 0.5 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びメナテトレノン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれを 2-プロパノール 50 mL に溶かし，更にエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とする．この液 2 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 4 mL を正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メナテトレノン（$C_{31}H_{40}O_2$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：脱水物に換算したメナテトレノン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 フィトナジオンの 2-プロパノール溶液（1 → 20000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール

流量：メナテトレノンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，メナテトレノン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメナテトレノンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

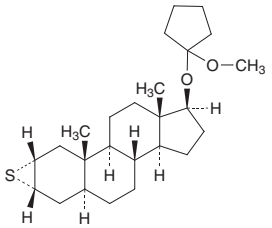
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

メピチオスタン

Mepitiostane



$C_{25}H_{40}O_2S$：404.65

2α,3α−Epithio−17β−(1−methoxycyclopentyloxy)−5α−androstane ［*21362−69−6*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メピチオスタン（$C_{25}H_{40}O_2S$）96.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はトリエチルアミン，クロロホルム，ジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶けやすく，ジエチレングリコールジメチルエーテル又は石油エーテルにやや溶けやすく，アセトンにやや溶けにくく，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は湿った空気中で加水分解する．

確認試験

（1）　本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし，塩化パラジウム（Ⅱ）試液 0.5 mL を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．これに水 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加え，よく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層はだいだい色を呈する．

（2）　本品 0.1 g をジエチレングリコールジメチルエーテル 2 mL に溶かし，1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に 2,4−ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 1.5 mL 及び薄めたエタノール（2 → 3）1.5 mL を加えるとき，だいだい黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，エタノール（99.5）から再結晶し，デシケーター（減圧，酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 144 ～ 149 ℃ である．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：＋20 ～ ＋23°（0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を石油エーテル 4 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg をとり，アセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品 10 mg をとり，アセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り，それぞれにアセトン/トリエチルアミン混液（1000：1）を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，ヘキサン/アセトン混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 5）を均等に噴霧し，120 ～ 130 ℃ で 5 分間加熱した後，紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち，標準溶液と同じ R_f 値のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くなく，その他の主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

水　分〈*2.48*〉　0.7 % 以下（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，シクロヘキサンに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，エタノール（99.5）10 mL を加え，この液に 0.01 mol/L 塩酸試液及び内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えて振り混ぜた後，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，常温で 30 分間放置し，試料溶液とする．別にエピチオスタノール標準品約 45 mg を精密に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かした後，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メピチオスタン（$C_{25}H_{40}O_2S$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 5 \times 1.3202$

W_S：脱水物に換算したエピチオスタノール標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　*n*−オクチルベンゼンのエタノール（99.5）溶液（1 → 300）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（20：3）

流量：エピチオスタノールの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，エピチオスタノール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

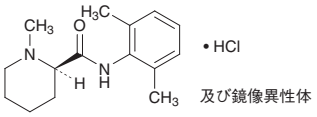
保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換し，冷所に保存する．

容　　器　密封容器．

メピバカイン塩酸塩

Mepivacaine Hydrochloride

塩酸メピバカイン



$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$：282.81

(2*RS*)−*N*−(2, 6−Dimethylphenyl)−1−methylpiperidine−2−carboxamide monohydrochloride ［*1722−62−9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

融点：約 256 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の水溶液（1 → 2500）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジエチルエーテル/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに硝酸ビスマス・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，酢酸（100）10 mL に溶かし，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 28.28 mg $C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$

貯　法　容　　器　気密容器．

メピバカイン塩酸塩注射液

Mepivacaine Hydrochloride Injection

塩酸メピバカイン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するメピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$：282.81）を含む．

製　法　本品は「メピバカイン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：4.5 ～ 6.8

確認試験　本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」0.02 g に対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン抽出液 8 mL をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm 及び 270 ～ 273 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のメピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）約 40 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 4 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸メピバカインを 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，内標準溶液 4 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメピバカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メピバカイン塩酸塩（$C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用塩酸メピバカインの秤取量（mg）

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 →

4000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液（pH 3.0)/アセトニトリル混液（11：9）1000 mL に溶かす．

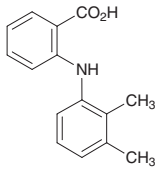
流量：メピバカインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メピバカイン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる．

貯 法 容 器 密封容器．

メフェナム酸

Mefenamic Acid



$C_{15}H_{15}NO_2$：241.29

2-(2,3-Dimethylphenylamino)benzoic acid ［*61-68-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メフェナム酸（$C_{15}H_{15}NO_2$）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～淡黄色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い．

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく，メタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約 225 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え，加温して溶かし，冷後，4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液（1 → 1000）1 mL を加え，更に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液はだいだい赤色を呈する．

（2） 本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かし，加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（3） 本品 7 mg を塩酸のメタノール溶液（1 → 1000）に溶かして 500 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え，加温して溶かし，冷後，酢酸（100）2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ，生じた沈殿をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL，酢酸（100）0.5 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.071 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液（3：1）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 200 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，クロロホルム/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 2-メチル-1-プロパノール/アンモニア水（28）混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

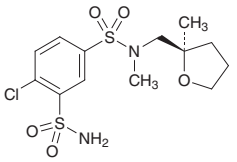
強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，あらかじめ 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対し中性としたエタノール（95）100 mL を加え，穏やかに加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールレッド試液 2 ～ 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の黄色が黄赤色を経て赤紫色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 24.13 mg $C_{15}H_{15}NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

メフルシド
Mefruside



及び鏡像異性体

$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88
4-Chloro-*N*-methyl-*N*-[(2*RS*)-2-methyltetrahydrofuran-2-ylmethyl]-3-sulfamoylbenzenesulfonamide ［*7195-27-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は *N*,*N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，アセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品の *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 40000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，炎色反応試験（2）〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

融　点〈*2.60*〉　149 ～ 152 ℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン混液（5：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に水 13 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 38.29 mg $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$

貯 法 容 器　密閉容器．

メフルシド錠
Mefruside Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応するメフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$：382.88）を含む．

製　法　本品は「メフルシド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.3 g に対応する量をとり，熱メタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水 25 mL を加え，氷冷して 30 分間放置する．生じた白色沈殿をろ取し，水で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 149 ～ 152 ℃ である．

（2）　本品を粉末とし，表示量に従い「メフルシド」0.01 g に対応する量をとり，メタノール 70 mL を加え，15 分間強く振り混ぜ，メタノールを加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 274 ～ 278 nm 及び 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，定量分析用ろ紙（5 種 C）でろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用メフルシドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，層長 5 cm で波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 45 分間の溶出率は 85 % 以上である．

メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36$

W_S：定量用メフルシドの秤取量（mg）
C：1 錠中のメフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の表示量（mg）

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）約 65 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 70 mL を加えて，15 分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とす

る．この液をろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用メフルシドを 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 65 mg を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

メフルシド（$C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

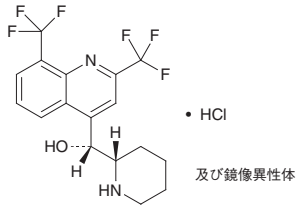
W_S：定量用メフルシドの秤取量（mg）

貯 法 容 器 気密容器．

メフロキン塩酸塩

Mefloquine Hydrochloride

塩酸メフロキン



$C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl：414.77

(1*RS*)−[2, 8−Bis(trifluoromethyl)quinolin−4−yl][(2*SR*)−piperidin−2−yl]methanol monohydrochloride

[*51773−92−3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，メフロキン塩酸塩（$C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は硫酸に溶ける．

本品のメタノール溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

融点：約 260 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 2 mg を硫酸 1 mL に溶かした液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，液は青色の蛍光を発する．

（2） 本品のメタノール溶液（1 → 25000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL に希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分離し，過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を石英るつぼにとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g に硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱し，800 ℃ で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸 3 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 50 mg を移動相 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外の各々のピーク面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のメフロキン及び最初に溶出するピーク以外のピークの合計面積は標準溶液のメフロキンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：282 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 14）混液（24：1）

流量：メフロキンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：メフロキンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 10 μL から得たメフロキンのピーク面積が標準溶液のメフロキンのピーク面積の 40 ～ 60 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸メフロキン 10 mg 及びジプロフィリン 5 mg を移動相 50 mL に溶かす．この液 2 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とする．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ジプロフィリン，メフロキンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メフロキンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

（4） 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g，白金るつぼ）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸(100)混液（7：3）100 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で

空試験を行い，補正する．

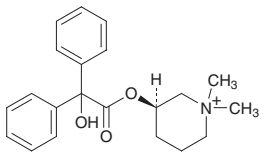
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 41.48 mg $C_{17}H_{16}F_6N_2O$・HCl

貯　法　容　　器　密閉容器．

メペンゾラート臭化物

Mepenzolate Bromide

臭化メペンゾラート



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{26}BrNO_3$：420.34

(3*RS*)−3−[(Hydroxy)(diphenyl)acetoxy]−1,1−dimethylpiperidinium bromide ［*76−90−4*］

本品を乾燥したものは定量するとき，メペンゾラート臭化物（$C_{21}H_{26}BrNO_3$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，熱湯にやや溶けやすく，水又はエタノール（95）に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約 230 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 0.03 g に硫酸 10 滴を加えるとき，赤色を呈する．

（2） 本品 0.01 g に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし，この液 5 mL にドラーゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき，だいだい色の沈殿を生じる．

（3） 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 2000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.5 g に水 50 mL 及び硝酸 3 mL を加え，加熱して溶かした液は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.40 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液（1）とする．別にベンゾフェノン 40 mg をとり，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/1−ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，80 ℃ で 30 分間乾燥する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及びベンゾフェノンに対応する位置のスポット以外のスポットは標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，かつ，ベンゾフェノンに対応する位置のスポットは標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，この薄層板にドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.35 g を精密に量り，ギ酸 2 mL を加えて溶かし，無水酢酸 60 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

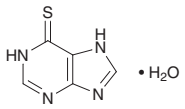
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 42.03 mg $C_{21}H_{26}BrNO_3$

貯　法　容　　器　気密容器．

メルカプトプリン水和物

Mercaptopurine Hydrate

メルカプトプリン



$C_5H_4N_4S$・H_2O：170.19

1,7−Dihydro−6*H*−purine−6−thione monohydrate

［*6112−76−1*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メルカプトプリン（$C_5H_4N_4S$：152.18）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.6 g を水酸化ナトリウム溶液（3 → 100）6 mL に溶かし，激しくかき混ぜながらヨードメタン 0.5 mL を徐々に加え，更に 10 分間よくかき混ぜた後，氷冷し，酢酸（31）を滴加して pH を約 5 に調整する．次に析出した結晶をろ取し，水から再結晶し，120 ℃ で 30 分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 218 ～ 222 ℃（分解）である．

（2） 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較す

るとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき，液は澄明である．

（2） 硫酸塩　本品 0.05 g を希塩酸 10 mL に溶かし，塩化バリウム試液 5 滴を加えて 5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（4） ヒポキサンチン　本品 50 mg をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にヒポキサンチン 5.0 mg をとり，アンモニア水（28）のメタノール溶液（1 → 10）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/クロロホルム/ギ酸 *n*-ブチル/アンモニア水（28）混液（8：6：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより大きくなく，かつ濃くない．

（5） リン　本品 0.20 g をるつぼにとり，薄めた硫酸（3 → 7）2 mL を加え，穏やかに加熱しながら内容物が無色になるまで硝酸 0.5 mL ずつを徐々に滴加した後，ほとんど蒸発するまで加熱する．冷後，残留物を水 10 mL に溶かし，25 mL のメスフラスコに移し，るつぼを水 4 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせ，試料溶液とする．別にリン酸二水素カリウム 0.4396 g を水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2.0 mL を量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2.0 mL を 25 mL のメスフラスコにとり，水 16 mL を加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液に薄めた硫酸（3 → 7）1 mL，硝酸 0.5 mL，七モリブデン酸六アンモニウム試液 0.75 mL，1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とし，5 分間放置する．これらの液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 750 nm における試料溶液から得た液の吸光度は，標準溶液から得た液の吸光度より大きくない．

水　分〈*2.48*〉 10.0 ～ 12.0 %（0.2 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

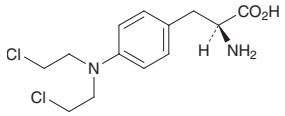
定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．別に *N*,*N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に水 15 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 15.22 mg $C_5H_4N_4S$

貯 法 容　器　密閉容器．

メルファラン

Melphalan



$C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$：305.20

4-Bis(2-chloroethyl)amino-L-phenylalanine ［*148-82-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，メルファラン（$C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$）93.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$：約 −32°（乾燥物に換算したもの 0.5 g，メタノール，100 mL，100 mm）．

確認試験

（1） 本品 0.02 g にメタノール 50 mL を加え，加温して溶かし，4-(4-ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液（1 → 20）1 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を温メタノール 1 mL に溶かし，アンモニア水（28）2 滴を加えるとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし，水浴上で 10 分間加熱する．冷後，希硝酸を加えて酸性とし，ろ過する．ろ液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3） 本品のメタノール溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 分解産生塩化物　本品約 0.5 g を精密に量り，薄めた硝酸（1 → 40）80 mL に溶かし，2 分間かき混ぜた後，電位差滴定法〈*2.50*〉により 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定するとき，その消費量は本品 0.50 g につき 1.0 mL 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.25 g を精密に量り，水酸化カリウム溶液（1 → 5）20 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加熱する．冷後，水 75 mL 及び硝酸 5 mL を加える．冷後，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．純度試験（1）で得られた結果を用いて補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 15.26 mg $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$

貯　法

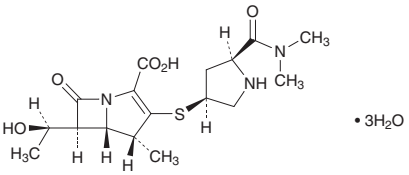
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

メロペネム水和物

Meropenem Hydrate

メロペネム　三水和物



$C_{17}H_{25}N_3O_5S \cdot 3H_2O$：437.51

(4*R*,5*S*,6*S*)−3−[(3*S*,5*S*)−5−(Dimethylcarbamoyl)pyrrolidin−3−ylsulfanyl]−6−[(1*R*)−1−hydroxyethyl]−4−methyl−7−oxo−1−azabicyclo[3.2.0]hept−2−ene−2−carboxylic acid trihydrate

[*119478−56−7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 980 ～ 1010 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，メロペネム（$C_{17}H_{25}N_3O_5S$：383.46）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品 0.01 g をとり，水 2 mL に溶かし，塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL を加え，5 分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品及びメロペネム標準品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びメロペネム標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとメロペネム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−17 ～ −21°（脱水物に換算したもの 0.22 g，水，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　別に規定する．

水　分〈*2.48*〉　11.4 ～ 13.4 %（0.35 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.12 EU/mg（力価）未満．

定 量 法　本品及びメロペネム標準品約 50 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

メロペネム（$C_{17}H_{25}N_3O_5S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：メロペネム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　ベンジルアルコールの pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液溶液（1 → 300）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 6.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 5.0 のトリエチルアミン・リン酸塩緩衝液/メタノール混液（5：1）

流量：メロペネムの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

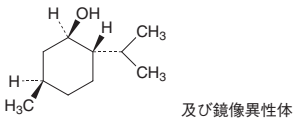
システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，メロペネム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 20 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するメロペネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

dl−メントール

dl−Menthol



$C_{10}H_{20}O$：156.27

(1*RS*,2*SR*,5*RS*)−5−Methyl−2−(1−methylethyl)cyclohexanol

[*89−78−1*]

本品は定量するとき，*dl*−メントール（$C_{10}H_{20}O$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶

けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は室温で徐々に昇華する．

確認試験

（1） 本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する．

（2） 本品 1 g に硫酸 20 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3 時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する．

凝 固 点 〈*2.42*〉 27 ～ 28 ℃

旋 光 度 〈*2.49*〉 〔α〕$^{20}_{D}$：−2.0 ～ +2.0°（2.5 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 蒸発残留物 本品 2.0 g を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） チモール 本品 0.20 g をとり，酢酸（100）2 mL，硫酸 6 滴及び硝酸 2 滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない．

（3） ニトロメタン又はニトロエタン 本品 0.5 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）2 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに沸騰させる．冷後，水を加えて正確に 20 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL をネスラー管にとり，水を加えて 10 mL とし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸 1 mL を加え，冷後，スルファニル酸溶液（1 → 100）1 mL を加えて 2 分間放置した後，*N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，無水ピリジン/無水酢酸混液（8：1）20 mL を正確に量って加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱する．次に冷却器を通じて水 20 mL で洗い込み，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 156.3 mg $C_{10}H_{20}O$

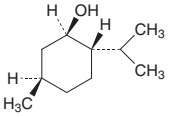
貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

l−メントール

l−Menthol



$C_{10}H_{20}O$：156.27

(1*R*,2*S*,5*R*)−5−Methyl−2−(1−methylethyl)cyclohexanol

［*2216−51−5*］

本品は定量するとき，*l*−メントール（$C_{10}H_{20}O$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶で，特異でそう快な芳香があり，味は初め舌をやくようで，後に清涼となる．

本品はエタノール（95）又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は室温で徐々に昇華する．

確認試験

（1） 本品を等量のカンフル，抱水クロラール又はチモールとすり混ぜるとき，液化する．

（2） 本品 1 g に硫酸 20 mL を加えて振り混ぜるとき，液は混濁して黄赤色を呈するが，3 時間放置するとき，メントールのにおいのない澄明な油層を分離する．

旋 光 度 〈*2.49*〉 〔α〕$^{20}_{D}$：−45.0 ～ −51.0°（2.5 g，エタノール（95），25 mL，100 mm）．

融 点 〈*2.60*〉 42 ～ 44 ℃

純度試験

（1） 蒸発残留物 本品 2.0 g を水浴上で蒸発し，残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 1.0 mg 以下である．

（2） チモール 本品 0.20 g をとり，酢酸（100）2 mL，硫酸 6 滴及び硝酸 2 滴の冷混液を加えるとき，液は直ちに緑色～青緑色を呈しない．

（3） ニトロメタン又はニトロエタン 本品 0.5 g をフラスコにとり，水酸化ナトリウム溶液（1 → 2）2 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加え，還流冷却器を付け，10 分間穏やかに沸騰させる，冷後，水を加えて正確に 20 mL とし，ろ過する．ろ液 1 mL をネスラー管にとり，水を加えて 10 mL とし，希塩酸を加えて中和し，更に希塩酸 1 mL を加え，冷後，スルファニル酸溶液（1 → 100）1 mL を加えて 2 分間放置した後，*N*,*N*−ジエチル−*N*′−1−ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき，液は直ちに赤紫色を呈しない．

定 量 法 本品約 2 g を精密に量り，無水ピリジン/無水酢酸混液（8：1）20 mL を正確に量って加え，還流冷却器を付け，水浴上で 2 時間加熱する．次に冷却器を通じて水 20 mL で洗い込み，1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フェノールフタレイン試液 5 滴）．同様の方法で空試験を行う．

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL ＝ 156.3 mg $C_{10}H_{20}O$

貯 法

保存条件 冷所に保存する．

容 器 気密容器．

モノステアリン酸アルミニウム

Aluminum Monostearate

本品は主としてステアリン酸（$C_{18}H_{36}O_2$：284.48）及びパルミチン酸（$C_{16}H_{32}O_2$：256.42）のアルミニウム化合物である．

本品を乾燥したものは定量するとき，アルミニウム（Al：26.98）7.2 ～ 8.9 % を含む．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがある．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 3 g に塩酸 30 mL を加え，しばしば振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱し，冷後，水 50 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え，3 分間激しく振り混ぜた後，放置する．水層を分取し，わずかに混濁を生じるまで水酸化ナトリウム試液を加えた後，ろ過した液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） （1）のジエチルエーテル層を分取し，水 20 mL ずつで 2 回洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は 54 ℃ 以上である．

脂肪酸の酸価〈*1.13*〉 193 ～ 210 確認試験（2）で得た脂肪酸約 1 g を精密に量り，250 mL の共栓フラスコに精密に量り，ジエチルエーテル/エタノール（95）混液（2：1）100 mL を加え，加温して溶かし，フェノールフタレイン試液数滴を加え，以下酸価の試験を行う．

純度試験

（1） 遊離脂肪酸 本品 1.0 g に中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1：1）約 50 mL を加えて振り混ぜ，乾燥ろ紙でろ過し，容器及びろ紙を中和エタノール/ジエチルエーテル混液（1：1）の少量で洗い，洗液をろ液に合わせ，0.1 mol/L 水酸化カリウム液 2.1 mL を加えるとき，液の色は赤色である．

（2） 可溶性塩 本品 2.0 g を三角フラスコにとり，水 80 mL を加え，ゆるく栓をして時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱し，冷後，乾燥ろ紙でろ過し，水少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 100 mL とし，その 50 mL をとり，水浴上で蒸発し，更に 600 ℃ で強熱するとき，残留物の量は 10.0 mg 以下である．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，注意しながら初めは弱く加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，薄めた塩酸（1 → 2）10 mL を加え，水浴上で蒸発し，残留物に水 20 mL を加えて 1 分間煮沸する．冷後，ろ過し，水で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は薄めた塩酸（1 → 2）10 mL を水浴上で蒸発乾固し，希酢酸 2 mL，鉛標準液 5.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（50 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g に硝酸マグネシウム六水和物 2 g を混和し，弱い炎で灰化し，冷後，残留物に硝酸 0.5 mL を加えて潤した後，再び加熱し，この残留物に希硫酸 10 mL を加え，白煙を発生するまで加熱し，水を加えて 5 mL とし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，弱い炎で灰化し，冷後，硝酸 0.5 mL を滴加し，水浴上で加熱して蒸発した後，900 ～ 1100 ℃ で恒量になるまで強熱し，冷後，速やかにその質量を量り，酸化アルミニウム（Al_2O_3：101.96）の量とする．

アルミニウム（Al）の量（mg）
　＝ 酸化アルミニウム（Al_2O_3）の量（mg）× 0.5293

貯 法 容 器 密閉容器．

モノステアリン酸グリセリン

Glyceryl Monostearate

グリセリンモノステアリン酸エステル

本品は α-及び β-グリセリルモノステアレートとその他のグリセリンの脂肪酸エステルとの混合物である．

性 状 本品は白色～淡黄色のろうようの塊，薄片又は粒で，わずかに特異なにおい及び味がある．

本品は温エタノール（95）に極めて溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，水又はエタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1） 本品 0.2 g に硫酸水素カリウム 0.5 g を加えてほとんど炭化するまで加熱するとき，アクロレインの刺激臭を発する．

（2） 本品 0.1 g にエタノール（95）2 mL を加え，加温して溶かし，希硫酸 5 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱した後，冷却するとき，白色～黄色の固体を析出する．この固体を分離し，これにジエチルエーテル 3 mL を加えて振り混ぜるとき，溶ける．

融 点〈*1.13*〉 55 ℃ 以上．

酸 価〈*1.13*〉 15 以下．

けん化価〈*1.13*〉 157 ～ 170

ヨウ素価〈*1.13*〉 3.0 以下．ただし，シクロヘキサンの代わりにクロロホルムを用いる．

純度試験 液性 本品 1.0 g に熱湯 20 mL を加え，振り混ぜながら冷却した液は中性である．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

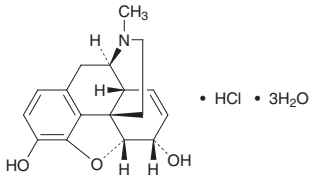
容 器 気密容器．

モルヒネ塩酸塩水和物

Morphine Hydrochloride Hydrate

塩酸モルヒネ

モルヒネ塩酸塩



$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-17-methyl-7,8-didehydromorphinan-3,6-diol monohydrochloride trihydrate ［*6055-06-7*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，モルヒネ塩酸塩（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$：321.80）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品は光によって着色する．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．また，本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－111 ～ －116°（脱水物に換算したもの 0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 硫酸塩 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（3） メコン酸 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし，希塩酸 5 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（4） 類縁物質 本品 0.1 g を薄めたエタノール（95）（1 → 2）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたエタノール（95）（1 → 2）を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール（99.5）/トルエン/アセトン/アンモニア水（28）混液（14：14：7：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液のスポットより濃くない．

水 分〈2.48〉 13 ～ 15 %（0.1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（0.5 g）．

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り，ギ酸 3.0 mL に溶かし，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）100 mL を加えて混和し，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 32.18 mg $C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

モルヒネ塩酸塩錠

Morphine Hydrochloride Tablets

塩酸モルヒネ錠

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84）を含む．

製 法 本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験 本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01 g に対応する量をとり，水 100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．また，本品を粉末とし，表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.01 g に対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）約 20 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，10 分間超音波抽出した後，水を加えて 50 mL とする．この液をろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条

件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

モルヒネ塩酸塩注射液

Morphine Hydrochloride Injection

塩酸モルヒネ注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84）を含む．

製　法　本品は「モルヒネ塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって変化する．

pH：2.5 ～ 5.0

確認試験　本品の表示量に従い「モルヒネ塩酸塩水和物」0.04 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 mL に水を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．また，試料溶液 5 mL に希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 296 ～ 300 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のモルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）約 80 mg に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4 \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液　塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

モルヒネ・アトロピン注射液

Morphine and Atropine Injection

モヒアト注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$：375.84）0.91 ～ 1.09 w/v% 及びアトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$：694.83〕0.027 ～ 0.033 w/v% を含む．

製　法

モルヒネ塩酸塩水和物	10 g
アトロピン硫酸塩水和物	0.3 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

本品は光によって徐々に着色する．

pH：2.5 ～ 5.0

確認試験　本品 2 mL にアンモニア試液 2 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，ジエチルエーテル層をろ紙でろ過する．ろ液を水浴上で蒸発乾固し，残留物にエタノール（99.5）1 mL を加えて溶かし，試料溶液とする．別に塩酸モルヒネ 0.1 g 及び硫酸アトロピン 3 mg をそれぞれ水 10 mL ずつに溶かした液 2 mL ずつにつき，試料溶液の調製と同様に操作して得た液を，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア水（28）混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た 2 個のスポットは，それぞれ標準溶液（1）及び標準溶液

（2）から得ただいだい色のスポットと色調及び R_f 値が等しい（モルヒネ及びアトロピン）．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） モルヒネ塩酸塩水和物 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用塩酸モルヒネ約 25 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かした後，水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

モルヒネ塩酸塩水和物（$C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1679$

W_S：脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する．この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する．

流量：モルヒネの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するモルヒネのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

（2） アトロピン硫酸塩水和物 本品 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にアトロピン硫酸塩標準品（別途「アトロピン硫酸塩水和物」と同様の条件で乾燥減量〈2.41〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アトロピン硫酸塩水和物〔$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$〕の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25) \times 1.027$

W_S：乾燥物に換算したアトロピン硫酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液（1 → 12500）

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法（1）の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

流量：モルヒネの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，モルヒネ，内標準物質，アトロピンの順に溶出し，モルヒネと内標準物質の分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

薬用石ケン

Medicinal Soap

本品は脂肪酸のナトリウム塩である．

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は粒で，敗油性でない特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）に溶けにくい．

本品の水溶液（1 → 100）はアルカリ性である．

脂 肪 酸 本品 25 g を熱湯 300 mL に溶かし，希硫酸 60 mL を徐々に加え，水浴中で 20 分間加熱する．冷後，析出物をろ取し，洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を呈しなくなるまで温湯で洗い，小ビーカーに移し，水分が分離して脂肪酸が澄明になるまで水浴上で加熱し，温時小ビーカーにろ過し，100 ℃ で 20 分間乾燥したものにつき，油脂試験法〈1.13〉により試験を行うとき，脂肪酸の凝固点は 18 ～ 28 ℃，酸価は 185 ～ 205 及びヨウ素価は 82 ～ 92 である．

純度試験

（1） 酸又はアルカリ 本品 5.0 g に中和エタノール 85 mL を加え，水浴上で加熱して溶かし，熱時脱脂綿を用いてろ過し，容器及び残留物を熱中和エタノール 5 mL ずつで 3 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，熱中和エタノールを加えて 100 mL とする．これを試料溶液とし，70 ℃ で速やかに次の試験を行う．

（i） 試料溶液 40 mL にフェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき，液は赤色である．

（ii） 試料溶液 40 mL にフェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） エタノール不溶物 本品約 2 g を精密に量り，中和エタノール 100 mL を加え，加温して溶かし，ガラスろ過器（G 4）を用いてろ過する．残留物を熱中和エタノール 100 mL で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 1.0 % 以下である．

（4） 水不溶物 （3）の乾燥物を水 200 mL で洗い，105 ℃ で 4 時間乾燥するとき，その量は 0.15 % 以下である．

（5） 炭酸アルカリ （4）の洗液にメチルオレンジ試液 3 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2 mL を加えるとき，液は赤色である．

乾燥減量 粉末のもの 5.0 % 以下，粒のもの 10.0 % 以下．本品約 0.5 g を質量既知のビーカーに精密に量り，105 ℃ で 1 時間乾燥した海砂（1 号）10 g を加え，再び質量を量り，エタノール（95）10 mL を加え，よくかき混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後，105 ℃ で 3 時間乾燥する．

貯 法 容 器 密閉容器．

薬用炭
Medicinal Carbon

性 状 本品は黒色の粉末で，におい及び味はない．

確認試験 本品 0.5 g を試験管に入れ，送風しながら直火で加熱するとき，火炎を生じないで燃焼し，発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき，白濁を生じる．

純度試験

（1） 液性 本品 3.0 g に水 60 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容積とし，ろ過する．ろ液は無色で，中性である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 （1）のろ液 4.0 mL をネスラー管にとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL を加える（0.142 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 （1）のろ液 5 mL をネスラー管にとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.192 % 以下）．

（4） 硫化物 本品 0.5 g に希塩酸 15 mL 及び水 10 mL を加えて煮沸するとき，5 分間以内に発生するガスは酢酸鉛（Ⅱ）紙を褐変しない．

（5） シアン化合物 本品 5 g を蒸留フラスコに入れ，L−酒石酸 2 g 及び水 50 mL を加え，蒸留装置に連結する．受器には水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び水 10 mL を入れ，冷却器の下端をこの液に浸し，受器を氷冷し，留液 25 mL を得るまで蒸留し，これに水を加えて 50 mL とし，この液 25 mL に硫酸鉄（Ⅱ）七水和物溶液（1 → 20）1 mL を加え，ほとんど沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過し，ろ液に塩酸 1 mL 及び希塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加えるとき，青色を呈しない．

（6） 酸可溶物 本品約 1 g を精密に量り，水 20 mL 及び塩酸 5 mL を加えて 5 分間煮沸した後，ろ過し，残留物を熱湯 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，硫酸 5 滴を加えて蒸発した後，強熱するとき，残留物は 3.0 % 以下である．

（7） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.5 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（50 ppm 以下）．

（8） 亜鉛 本品 0.5 g を強熱して灰化し，残留物に希硝酸 5 mL を加え，穏やかに 5 分間煮沸してろ過し，水 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，アンモニア試液 3 mL を加えてろ過し，水で洗いながら洗液をろ液に合わせて 25 mL とし，この液に硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，3 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 15.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 4 % 以下（1 g）．

吸 着 力

（1） 本品を乾燥し，その 1.0 g をとり，硫酸キニーネ 120 mg を水 100 mL に溶かした液を加え，5 分間激しく振り混ぜ，直ちにろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，ヨウ素試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） メチレンブルー 250 mg を正確に量り，水に溶かし正確に 250 mL とし，この液 50 mL ずつを 2 個の共栓フラスコ中に正確に量り，一方のフラスコに，本品を乾燥し，その 250 mg を正確に量って加え，5 分間激しく振り混ぜる．各フラスコの内容物をそれぞれ，ろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 25 mL を正確に量り，250 mL のメスフラスコに入れる．各メスフラスコに酢酸ナトリウム三水和物溶液（1 → 10）50 mL を加え，揺り動かしながら正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 35 mL を加え，しばしば激しく振り混ぜて 50 分間放置した後，水を加えてそれぞれ 250 mL とする．10 分間放置した後，20 ℃ 以下でろ過し，初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 100 mL ずつを正確に量り，過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．各液の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の量の差は 1.2 mL 以上である．

貯 法 容 器 密閉容器．

ヤシ油
Coconut Oil
OLEUM COCOIS
椰子油

本品はココヤシ *Cocos nucifera* Linné（*Palmae*）の種子から得た脂肪油である．

性 状 本品は白色～淡黄色の塊又は無色～淡黄色澄明の油で，

わずかに特異なにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は 15 ℃ 以下で凝固し，堅くてもろい塊となる．

融点：20 ～ 28 ℃

酸　価〈*1.13*〉 0.2 以下．

けん化価〈*1.13*〉 246 ～ 264

不けん化物〈*1.13*〉 1.0 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 7 ～ 11

貯　法　容　　器　気密容器．

ユーカリ油

Eucalyptus Oil

OLEUM EUCALYPTI

本品はユーカリノキ *Eucalyptus globulus* Labillardière 又はその他近縁植物（*Myrtaceae*）の葉を水蒸気蒸留して得た精油である．

本品は定量するとき，シネオール（$C_{10}H_{18}O$：154.25）70.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，特異な芳香及び刺激性の味がある．

本品は中性である．

確認試験　本品 1 mL にリン酸 1 mL を加えて強く振り混ぜた後，放置するとき，30 分以内に固まる．

屈 折 率〈*2.45*〉 n_D^{20}：1.458 ～ 1.470

比　重〈*1.13*〉 d_{20}^{20}：0.907 ～ 0.927

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 mL は薄めたエタノール（7 → 10）5 mL に澄明に混和する．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 mL をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（40 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，ヘキサンに溶かし，正確に 25 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にヘキサンを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に定量用シネオール約 0.1 g を精密に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するシネオールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

シネオール（$C_{10}H_{18}O$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：定量用シネオールの秤取量（mg）

内標準溶液　アニソールのヘキサン溶液（1 → 250）

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 5 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用アルキレングリコールフタル酸エステルをシラン処理した 150 ～ 180 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：120 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：シネオールの保持時間が約 11 分になるように調整する．

カラムの選定：シネオール及びリモネン 0.1 g ずつをヘキサン 25 mL に溶かす．この液 1 mL を量り，ヘキサンを加えて 20 mL とする．この液約 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，リモネン，シネオールの順に流出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる．

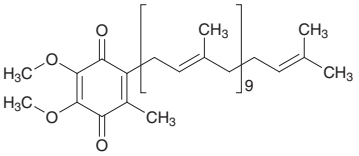
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ユビデカレノン

Ubidecarenone



$C_{59}H_{90}O_4$：863.34

(2*E*,6*E*,10*E*,14*E*,18*E*,22*E*,26*E*,30*E*,34*E*,38*E*)-2-(3,7,11,15,19,23,27,31,35,39-Decamethyltetraconta-2,6,10,14,18,22,26,30,34,38-decaen-1-yl)-5,6-dimethoxy-3-methyl-1,4-benzoquinone ［*303-98-0*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ユビデカレノン（$C_{59}H_{90}O_4$）98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解し，着色が強くなる．

融点：約 48 ℃

確認試験

（1） 本品 0.05 g をジエチルエーテル 1 mL に溶かし，エタノール（99.5）10 mL を加える．この液 2 mL にエタノール（99.5）3 mL 及びマロン酸ジメチル 2 mL を加えた後，水酸化カリウム溶液（1 → 5）1 mL を 1 滴ずつ加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はユビデカレノン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 類縁物質　本品 0.05 g にエタノール（99.5）50 mL

を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のユビデカレノン以外のピークの合計面積は，標準溶液のユビデカレノンのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相，流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する．

検出感度：標準溶液 5 μL から得たユビデカレノンのピーク高さが 20 ～ 40 mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からユビデカレノンの保持時間の約 2 倍の範囲

水　分〈2.48〉 0.20 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びユビデカレノン標準品（別途本品と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれにエタノール（99.5）40 mL を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，エタノール（99.5）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ユビデカレノン（$C_{59}H_{90}O_4$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：脱水物に換算したユビデカレノン標準品の秤取量（mg）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/エタノール（99.5）混液（13：7）

流量：ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

カラムの選定：本品及びユビキノン-9 0.01 g ずつをエタノール（99.5）20 mL を加え，約 50 ℃ で 2 分間加温して溶かし，冷後，この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ユビキノン-9，ユビデカレノンの順に溶出し，その分離度が 4 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 5 回繰り返すとき，ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヨウ化カリウム

Potassium Iodide

KI：166.00

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化カリウム（KI）99.0 % 以上を含む．

性　状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は湿った空気中でわずかに潮解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） アルカリ　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3） 塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品 0.20 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 15.0 mL を加え，2 ～ 3 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に希硝酸 15 mL を加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアンモニア試液 2.5 mL，0.1 mol/L 硝酸銀液 7.5 mL 及び希硝酸 15 mL を加える．

（4） 硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品 1.0 g を 40 mL の試験管にとり，水 5 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び線状のアルミニウム 0.2 g を加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で 15 分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5） シアン化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，この液 5 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加温し，塩酸 4 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

（6） ヨウ素酸塩　本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，希硫酸 2 滴及びデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（7） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8） バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 1 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9） ナトリウム　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（10） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（2 g，105 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 10 mL に溶かし，塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜながら 0.05 mol/L

ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL ＝ 16.60 mg KI

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヨウ化ナトリウム

Sodium Iodide

NaI：149.89

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨウ化ナトリウム（NaI）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水に極めて溶けやすく，グリセリン又はエタノール（95）に溶けやすい．

本品は湿った空気中で潮解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）はナトリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 2 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　アルカリ　本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき，液は無色である．

（3）　塩化物，臭化物及びチオ硫酸塩　本品 0.20 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 15.0 mL を加え，2 ～ 3 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 10 mL に希硝酸 15 mL を加えるとき，液は褐色を呈しない．また，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアンモニア試液 2.5 mL，0.1 mol/L 硝酸銀液 7.5 mL 及び希硝酸 15 mL を加える．

（4）　硝酸塩，亜硝酸塩又はアンモニウム　本品 1.0 g を 40 mL の試験管にとり，水 5 mL，水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び線状のアルミニウム 0.2 g を加え，脱脂綿を管口にさし込み，水浴上で 15 分間注意して加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（5）　シアン化物　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，この液 5 mL に硫酸鉄（Ⅱ）試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加温し，塩酸 4 mL を加えるとき，液は緑色を呈しない．

（6）　ヨウ素酸塩　本品 0.5 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，希硫酸 2 滴及びデンプン試液 1 滴を加えるとき，液は直ちに青色を呈しない．

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（8）　バリウム　本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，希硫酸 1 mL を加え，5 分間放置するとき，液は混濁しない．

（9）　カリウム　本品 1.0 g を水に溶かし 100 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液（1 → 30）5.0 mL を加え，直ちに振り混ぜ，10 分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化カリウム 9.5 mg を水に溶かし，1000 mL とする．この液 4.0 mL に希酢酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（10）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0 % 以下（2 g，120 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 10 mL に溶かし，塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜながら 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液でクロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後，5 分以内に再び赤紫色が現れないときとする．

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL ＝ 14.99 mg NaI

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセル

Sodium Iodide（^{123}I）Capsules

本品はヨウ素-123 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{123}I）カプセルの条に適合する．

ヨウ化ナトリウム（^{131}I）液

Sodium Iodide（^{131}I）Solution

本品はヨウ素-131 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{131}I）液の条に適合する．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある．

ヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセル

Sodium Iodide（^{131}I）Capsules

本品はヨウ素-131 をヨウ化ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ナトリウム（^{131}I）カプセルの条に適合する．

ヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液
Iodinated（^{131}I）Human Serum Albumin Injection

本品は水性の注射剤で，ヨウ素-131 でヨウ素化された健康なヒトの血清アルブミンを含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化人血清アルブミン（^{131}I）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の液である．

ヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液
Sodium Iodohippurate（^{131}I）Injection

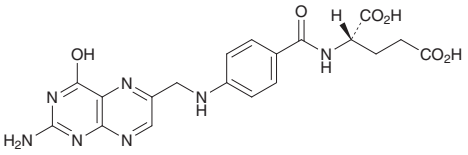
本品は水性の注射剤で，ヨウ素-131 をオルトヨウ化ヒプル酸ナトリウムの形で含む．

本品は放射性医薬品基準のヨウ化ヒプル酸ナトリウム（^{131}I）注射液の条に適合する．

本品には注射剤の採取容量試験法及び注射剤の不溶性微粒子試験法を適用しない．

性　状　本品は無色澄明の液で，においはないか，又は保存剤若しくは安定剤によるにおいがある．

葉酸
Folic Acid



$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40

N-{4-[(2-Amino-4-hydroxypteridin-6-ylmethyl)amino]benzoyl}-L-glutamic acid　[*59-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水，メタノール，エタノール（95），ピリジン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は塩酸，硫酸，希水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム十水和物溶液（1 → 100）に溶け，液は黄色となる．

本品は光によって徐々に変化する．

確認試験

（1）　本品 1.5 mg を希水酸化ナトリウム試液に溶かし，100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は葉酸標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）（1）の液 10 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加え，液が青色になるまで振り混ぜ，直ちに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，青色の蛍光を発する．

純度試験

（1）　溶状　本品 0.10 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　遊離アミン　定量法の試料溶液 30 mL を正確に量り，希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にパラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めたエタノール（2 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．これらの液 4 mL ずつを正確に量り，以下定量法と同様に操作し，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離アミンの量は 1.0 % 以下である．

遊離アミンの量（%）＝（W' / W）×（A_T / A_S）

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

W'：パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品の秤取量（mg）

水　分〈*2.48*〉　8.5 % 以下（10 mg，電量滴定法）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及び葉酸標準品約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれに希水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，それぞれに希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 60 mL ずつに亜鉛末 0.5 g を加え，しばしば振り混ぜ，20 分間放置する．次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．これらの液 4 mL ずつを正確に量り，それぞれに水 1 mL，希塩酸 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 1000）1 mL を加え，混和した後，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 200）1 mL を加え，よく振り混ぜた後，2 分間放置する．これらの液に *N*,*N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液（1 → 1000）1 mL ずつを加え，振り混ぜた後，10 分間放置し，水を加えて正確に 20 mL とする．別に試料溶液 30 mL を正確に量り，希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，希塩酸 18 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする．次にこの液 4 mL を正確に量り，試料溶液と同様に操作して得た液を空試験液とする．これらの液につき，水 4 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液の波長 550 nm における吸光度 A_T，A_S 及び A_C を測定する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

葉酸錠
Folic Acid Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 115 % に対応する葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40）を含む．

製　法　本品は「葉酸」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験
（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「葉酸」1.5 mg に対応する量をとり，希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．最初のろ液 10 mL を除き，次のろ液につき，以下「葉酸」の確認試験（2）を準用する．
（2）（1）のろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 255 ～ 257 nm，281 ～ 285 nm 及び 361 ～ 369 nm に吸収の極大を示す．また，255 ～ 257 nm 及び 361 ～ 369 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_1/A_2 は 2.80 ～ 3.00 である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）約 50 mg に対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 50 mL を加え，しばしば振り混ぜた後，100 mL のメスフラスコにろ過し，希水酸化ナトリウム試液で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，更に希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約 50 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

葉酸注射液
Folic Acid Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応する葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$：441.40）を含む．

製　法　本品は「葉酸」をとり，「水酸化ナトリウム」又は「炭酸ナトリウム」を用いて溶かし，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．
pH：8.0 ～ 11.0

確認試験
（1）　本品の表示量に従い「葉酸」1.5 mg に対応する容量をとり，希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とする．この液につき，以下「葉酸」の確認試験（2）を準用する．
（2）（1）の液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 255 ～ 257 nm，281 ～ 285 nm 及び 361 ～ 369 nm に吸収の極大を示す．また，255 ～ 257 nm 及び 361 ～ 369 nm の吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき，A_1/A_2 は 2.80 ～ 3.00 である．
（3）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品の葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）約 50 mg に対応する容量を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に葉酸標準品約 50 mg を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 30 mL ずつを正確に量り，以下「葉酸」の定量法を準用する．

葉酸（$C_{19}H_{19}N_7O_6$）の量（mg）= $W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\}$

W_S：脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨウ素
Iodine

I：126.90

本品は定量するとき，ヨウ素（I）99.5 % 以上を含む．

性　状　本品は灰黒色の板状又は粒状の重い結晶で，金属性の光沢があり，特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，クロロホルムにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品はヨウ化カリウム試液に溶ける．

本品は常温で揮散する．

確認試験
（1）　本品のエタノール（95）溶液（1 → 50）は赤褐色を呈する．
（2）　本品のクロロホルム溶液（1 → 1000）は赤紫色～紫色を呈する．
（3）　本品の飽和水溶液 10 mL にデンプン試液 0.5 mL を加えるとき，液は暗青色を呈し，これを煮沸すると消え，冷却するとき，再び現れる．

純度試験
（1）　昇華残留物　本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華させ，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 1.0

mg 以下である．

（2） 塩化物又は臭化物　本品を粉末とし，その 1.0 g を水 20 mL とよくすり混ぜてろ過し，ろ液 10 mL に薄めた亜硫酸水（1 → 5）を黄色が消えるまで滴加し，これにアンモニア試液 1 mL を加え，更に硝酸銀試液 1 mL を少量ずつ加え，水を加えて 20 mL とし，よく振り混ぜてろ過する．初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液 10 mL をとり，硝酸 2.0 mL 及び水を加えて 20 mL とするとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に水 5 mL，アンモニア試液 2.5 mL，硝酸銀試液 1 mL，硝酸 2.0 mL 及び水を加えて 20 mL とする．

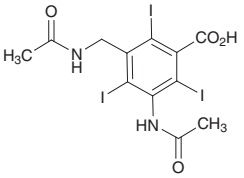
定 量 法　共栓フラスコにヨウ化カリウム 1 g 及び水 1 mL を入れて質量を精密に量り，これに本品約 0.3 g を加え，再び精密に量る．次に穏やかに振り動かして溶かした後，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 12.69 mg I

貯 法 容 器　気密容器．

ヨーダミド

Iodamide



$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94

3-Acetylamino-5-acetylaminomethyl-2,4,6-triiodobenzoic acid ［*440-58-4*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ヨーダミド（$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$）98.5 % 以上を含む．

性 状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又はエタノール（95）に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.01 g に塩酸 5 mL を加え，水浴中で 5 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品 1 g を水 100 mL に加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約 30 mL になるまで濃縮し，析出する結晶を，冷後，ろ過し，乾燥した後，同様の試験を行う．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液（1 → 5）10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 芳香族第一アミン　本品 0.20 g をとり，水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置する．次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，1 分間放置した後，1-ナフトールのエタノール（95）溶液（1 → 10）0.4 mL，水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする．この液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 485 nm における吸光度は 0.12 以下である．

（3） 可溶性ハロゲン化物　本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし，更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし，時々振り混ぜながら 15 分間放置した後，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 25 mL をネスラー管にとり，エタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，以下塩化物試験法〈*1.03*〉を準用する．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし，次にエタノール（95）を加えて 50 mL とする．

（4） ヨウ素　本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし，0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間放置した後，クロロホルム 5 mL を加えて激しく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0 % 以下（1 g，105 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.5 g を精密に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし，亜鉛粉末 1 g を加え，還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し，冷後，ろ過する．フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い，洗液は先のろ液に合わせる．この液に酢酸（100）5 mL を加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：テトラブロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）．ただし，滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.93 mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯 法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ヨーダミドナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Iodamide Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，ヨーダミド（$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$：627.94）59.7 ～ 65.9 w/v% を含む．

製　法

ヨーダミド	627.9 g
水酸化ナトリウム	6.0 g
メグルミン	165.9 g
注射用水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色～微黄色澄明の液で，わずかに粘性がある．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品 2 mL に水 25 mL を加え，よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．この沈殿をガラスろ過器（G3）で吸引ろ取し，水 10 mL ずつで 2 回洗った後，フラスコに移し，水 100 mL を加え，加熱して溶かし，穏やかに煮沸しながら約 30 mL になるまで濃縮し，析出する結晶を，冷後，ろ過し，105 ℃ で 1 時間乾燥する．このものにつき，「ヨーダミド」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2）　（1）の乾燥した結晶につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3390 cm^{-1}，1369 cm^{-1}，1296 cm^{-1}，1210 cm^{-1} 及び 1194 cm^{-1} 付近に吸収を認める．もし，吸収の波数がこれらと異なるときは，乾燥した結晶 1 g を水 100 mL に加熱して溶かし，（1）の操作を繰り返した後，同様の試験を行う．

（3）　本品 1 mL に 1,2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉　α_D^{20}：－3.84 ～ －4.42°（100 mm）．

pH〈2.54〉　6.5 ～ 7.5

純度試験

（1）　芳香族第一アミン　本品 0.30 mL をとり，水 6 mL を加えて混和し，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ，以下「ヨーダミド」の純度試験（2）を準用する．ただし，吸光度は 0.22 以下である．

（2）　ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.40 mL に水を加えて 20 mL とし，希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ，ガラスろ過器（G3）を用いて吸引ろ過する．ろ液にクロロホルム 5 mL を加え，激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は無色である．次に過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき，クロロホルム層は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし 100 mL とする．この液 0.10 mL に水 20 mL を加え，更に希硝酸 5 mL，クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素（30）1 mL を加えて激しく振り混ぜる．

採取容量〈6.05〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈4.04〉　本品をとり，1 mL 中に本品 0.30 mL を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき，試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品 8 mL を正確に量り，水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，けん化フラスコに入れ，水酸化ナトリウム試液 30 mL 及び亜鉛粉末 1 g を加え，以下「ヨーダミド」の定量法を準用する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 20.93 mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ヨードチンキ

Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）5.7 ～ 6.3 w/v% 及びヨウ化カリウム（KI：166.00）3.8 ～ 4.2 w/v% を含む．

製　法

ヨウ素	60 g
ヨウ化カリウム	40 g
70 vol% エタノール	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性　状　本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある．

比重　d_{20}^{20}：約 0.97

確認試験

（1）　本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する．

（2）　本品 3 mL を水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

アルコール数〈1.01〉　6.6 以上（第 2 法）．ただし，第 1 法の前処理（ii）を行う．

定 量 法

（1）　ヨウ素　本品 5 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム 0.5 g，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL ＝ 12.69 mg I

（2）　ヨウ化カリウム　本品 5 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL，塩酸 50 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5

分間放置して再び着色するときは更に滴定〈2.50〉を続ける．

ここに得た 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液の消費量 a (mL) と（1）の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 b (mL) から次の式によってヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) を求める．

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) = 16.60 × $\{a - (b/2)\}$

貯 法 容 器 気密容器．

希ヨードチンキ
Dilute Iodine Tincture

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）2.8 ～ 3.2 w/v% 及びヨウ化カリウム（KI：166.00）1.9 ～ 2.1 w/v% を含む．

製 法

ヨウ素	30 g
ヨウ化カリウム	20 g
70 vol% エタノール	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，70 vol% エタノールの代わりに「エタノール」又は「消毒用エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．また，「ヨードチンキ」500 mL をとり，70 vol% エタノールを加えて全量を 1000 mL として製することができる．

性 状 本品は暗赤褐色の液で，特異なにおいがある．

比重 d^{20}_{20}：約 0.93

確認試験

（1） 本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する．

（2） 本品 3 mL を水浴上で蒸発乾固した後，直火で弱く加熱するとき，白色の残留物を生じる．この残留物はカリウム塩及びヨウ化物の定性反応〈1.09〉を呈する．

アルコール数〈1.01〉 6.7 以上（第 2 法）．ただし，第 1 法の前処理（ii）を行う．

定 量 法

（1） ヨウ素 本品 10 mL を正確に量り，ヨウ化カリウム 0.5 g，水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 2 mL）．

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 12.69 mg I

（2） ヨウ化カリウム 本品 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，水 20 mL，塩酸 50 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて室温に冷却し，クロロホルム層の赤紫色が消えるまで激しく振り混ぜながら，0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．クロロホルム層の色が消えた後，5 分間放置して再び着色するときは更に滴定〈2.50〉を続ける．

ここに得た 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液の消費量 a (mL) と（1）の滴定に要した 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 b (mL) から次の式によってヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) を求める．

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg) = 16.60 × $\{a - (b/2)\}$

貯 法 容 器 気密容器．

歯科用ヨード・グリセリン
Dental Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）9.0 ～ 11.0 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）7.2 ～ 8.8 w/v% 及び硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58）0.9 ～ 1.1 w/v% を含む．

製 法

ヨウ素	10 g
ヨウ化カリウム	8 g
硫酸亜鉛水和物	1 g
グリセリン	35 mL
精製水	適 量
全 量	100 mL

以上をとり，溶解混和して製する．

性 状 本品は暗赤褐色の液で，ヨウ素のにおいがある．

確認試験

（1） 定量法（1）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ素）．

（2） 定量法（2）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ化カリウム）．

（3） 本品 1 mL を共栓試験管にとり，エタノール (95) 10 mL を混和し，更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（II）二水和物のエタノール溶液 (95)（1 → 10）1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

（4） 定量法（3）で得た呈色液は，赤紫色～紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 618 ～ 622 nm に吸収の極大を示す（硫酸亜鉛水和物）．

定 量 法

（1） ヨウ素 本品 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール (3 → 10) を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 0.5 g 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.4 g をそれぞれ精密に量り，薄めたエタノール (3 → 10) に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）20 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜ，クロロホルム/ヘキサン層を分取し〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法

〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 7 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．クロロホルム/ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） 硫酸亜鉛水和物 本品 5 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 10）を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別に亜鉛標準原液 10 mL を正確に量り，薄めたエタノール（3 → 200）を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を加えて振り混ぜ，静置する．水層 3 mL ずつを正確に量り，pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL 及びジンコン試液 2 mL を加え，更に水を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）の量（mg）
$= W \times (A_T / A_S) \times 4.397$

W：亜鉛標準原液 10 mL 中の亜鉛の量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

複方ヨード・グリセリン

Compound Iodine Glycerin

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）1.1 ～ 1.3 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）2.2 ～ 2.6 w/v%，総ヨウ素（I として）2.7 ～ 3.3 w/v% 及びフェノール（C_6H_6O：94.11）0.43 ～ 0.53 w/v% を含む．

製 法

ヨウ素	12 g
ヨウ化カリウム	24 g
グリセリン	900 mL
ハッカ水	45 mL
液状フェノール	5 mL
精製水	適 量
全 量	1000 mL

「ヨウ化カリウム」及び「ヨウ素」を「精製水」約 25 mL に溶かし，これに「グリセリン」を加えた後，「ハッカ水」，「液状フェノール」及び「精製水」を加えて全量を 1000 mL とし，混和して製する．ただし，「グリセリン」の代わりに「濃グリセリン」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性 状 本品は赤褐色粘稠性の液で，特異なにおいがある．
比重 d_{20}^{20}：約 1.23

確認試験

（1） 定量法（1）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ素）．

（2） 定量法（2）で得た呈色液は赤色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 510 ～ 514 nm に吸収の極大を示す（ヨウ化カリウム）．

（3） 定量法（4）で得た呈色液は黄色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 401 ～ 405 nm に吸収の極大を示す（フェノール）．

（4） 本品 1 mL を共栓試験管にとり，エタノール（95）10 mL を混和し，更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅（II）二水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する（グリセリン）．

定 量 法

（1） ヨウ素 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈2.56〉により比重を測定する．その約 7 mL に対応する質量を精密に量り，エタノール（95）を加えて正確に 200 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 80 mg 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.17 g をそれぞれ精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，50 mL の分液漏斗に入れ，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL 及び水 15 mL を順次正確に加え，直ちに強く振り混ぜ，クロロホルム/ヘキサン層を分取し〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加え，直ちに強く振り混ぜる．クロロホルム/ヘキサン層を分取し，脱脂綿を用いてろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） 総ヨウ素 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈*2.56*〉により比重を測定する．その約 5 mL に対応する質量を精密に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に 50 mL のフラスコにとり，亜鉛粉末 0.5 g 及び酢酸（100）5 mL を加え，ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた後，還流冷却器を付け，水浴上で 30 分間加熱する．冷却器を通じて熱湯 10 mL を注加して，冷却器を洗い，ガラスろ過器（G3）を用いてろ過する．フラスコは温湯 10 mL で 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，冷後，水を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，酢酸（100）5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを 30 mL の分液漏斗に正確にとり，それぞれに水 5 mL，薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL，亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加えて直ちに強く振り混ぜる．以下（2）と同様に操作する．

総ヨウ素（I として）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times 0.7644$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（4） フェノール 本品につき，あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法〈*2.56*〉により比重を測定する．その約 2 mL に対応する質量を精密に量り，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 3 mL を加えて振り混ぜた後，希塩酸 2 mL を加えて，クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせ，次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL ずつで 2 回抽出する．全水層を合わせ，水を加えて正確に 500 mL とし，試料溶液とする．別に定量用フェノール約 0.5 g を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，試料溶液の調製と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれに希塩酸 2 mL を加え，30 ℃ の恒温水槽に入れる．10 分間放置した後，亜硝酸ナトリウム溶液（1 → 100）2 mL を正確に加えて振り混ぜ，30 ℃ で 60 分間放置する．次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に 25 mL とする．これらの液につき，水 3 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 403 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用フェノールの秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

ヨード・サリチル酸・フェノール精

Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

本品は定量するとき，ヨウ素（I：126.90）1.08 ～ 1.32 w/v%，ヨウ化カリウム（KI：166.00）0.72 ～ 0.88 w/v%，サリチル酸（$C_7H_6O_3$：138.12）4.5 ～ 5.5 w/v%，フェノール（C_6H_6O：94.11）1.8 ～ 2.2 w/v% 及び安息香酸（$C_7H_6O_2$：122.12）7.2 ～ 8.8 w/v% を含む．

製 法

ヨードチンキ	200 mL
サリチル酸	50 g
フェノール	20 g
安息香酸	80 g
消毒用エタノール	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．ただし，「消毒用エタノール」の代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる．

性 状 本品は暗赤褐色の液で，フェノールのにおいがある．

確認試験

（1） 本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき，暗青紫色を呈する（ヨウ素）．

（2） 本品 1 mL にエタノール（95）5 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする．この液 15 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき，液は赤紫色を呈する（サリチル酸）．

（3） 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL で抽出する．ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 25 mL ずつで 2 回洗った後，希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する．抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき，液は黄色を呈する（フェノール）．

（4） 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，更に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，ジエチルエーテル 10 mL で抽出し，試料溶液とする．別にサリチル酸 25 mg，フェノール 0.01 g 及び安息香酸 0.04 g をそれぞれジエチルエーテル 5 mL に溶かし，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は，標準溶液（1），標準溶液（2）及び標準溶液（3）から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい．また，この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定 量 法

（1） ヨウ素 本品 4 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ素約 1.2 g 及び 105 ℃ で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.8 g をそれぞれ精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）25 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，クロロホルム/ヘキサン層を分取し，〔水層は（2）に用いる〕，脱脂綿でろ過する．ろ液につき，クロロホルム/ヘキサン混液（2：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ヨウ素（I）の量（mg） $= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用ヨウ素の秤取量（mg）

（2） ヨウ化カリウム （1）の試料溶液及び標準溶液から得た水層 8 mL ずつを正確に量り，それぞれに薄めた希塩酸（1 → 2）1 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ，直ちにクロロホルム/ヘキサン混液（2：1）10 mL を正確に加えて振り混ぜ，更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後，以下（1）と同様に操作する．

ヨウ化カリウム（KI）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 25)$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

（3） サリチル酸，フェノール及び安息香酸 本品 2 mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 → 2）20 mL を加える．この液に 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液をヨウ素の色が消えるまで加えた後，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 200 mL とし，試料溶液とする．別にデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥した定量用サリチル酸約 0.2 g，定量用フェノール約 80 mg 及びデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥した安息香酸約 0.32 g をそれぞれ精密に量り，薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Ta}，Q_{Tb} 及び Q_{Tc} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸，フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Sa}，Q_{Sb} 及び Q_{Sc} を求める．

サリチル酸（$C_7H_6O_3$）の量（mg）
$= W_{Sa} \times (Q_{Ta} / Q_{Sa}) \times (1 / 2)$

フェノール（C_6H_6O）の量（mg）
$= W_{Sb} \times (Q_{Tb} / Q_{Sb}) \times (1 / 2)$

安息香酸（$C_7H_6O_2$）の量（mg）
$= W_{Sc} \times (Q_{Tc} / Q_{Sc}) \times (1 / 2)$

W_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量（mg）
W_{Sb}：定量用フェノールの秤取量（mg）
W_{Sc}：安息香酸の秤取量（mg）

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液（1 → 1000）
操作条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270 nm）
カラム：内径約 4 mm，長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：室温
移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）
流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する．
カラムの選定：安息香酸 0.2 g，サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす．この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．
容 器 気密容器．

ヨードホルム

Iodoform

CHI_3：393.73

Triiodomethane　［*75-47-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ヨードホルム（CHI_3）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は光沢のある黄色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は常温でわずかに揮散する．

融点：約 120 ℃（分解）．

確認試験　本品 0.1 g を加熱するとき，紫色のガスを発生する．

純度試験

（1）　水溶性着色物及び液性　本品を粉末とし，その 2.0 g に水 5 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過するとき，ろ液は無色で中性である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品を粉末とし，その 3.0 g に水 75 mL を加え，1 分間よく振り混ぜた後，放置し，上澄液をろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.011 % 以下）．

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　（2）のろ液 25 mL をとり，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.017 % 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，500 mL の共栓フラスコに入れ，エタノール（95）20 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を正確に加え，次に硝酸 10 mL を加え，密栓して振り混ぜ，暗所に 16 時間以上放置した後，水 150 mL を加え，過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 5 mL）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 13.12 mg CHI_3

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ラウリル硫酸ナトリウム

Sodium Lauryl Sulfate

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム（$C_{12}H_{25}NaO_4S$：288.38）からなるアルキル硫酸ナトリウムである．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品はメタノール又はエタノール（95）にやや溶けにくい．

本品 1 g は水 10 mL に澄明に又は混濁して溶け，これを振り混ぜるとき，泡立つ．

確認試験

（1）　総アルコール量で得た残留物 0.2 g に臭素・シクロヘキサン試液 4 mL を加えてよく振り混ぜた後，*N*-ブロモスクシンイミド 0.3 g を加え，80 ℃ の水浴中で 5 分間加熱するとき，液は赤色を呈する．

（2）　本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品の水溶液（1 → 10）に希塩酸を加えて酸性とし，穏やかに煮沸した液は，冷後，硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ　本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし，フェノールレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.60 mL を加えるとき，液は黄色である．

（2）　塩化ナトリウム　本品約 5 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，必要ならば希硝酸を加えて中性とし，0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 5 mL を正確に加え，0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL ＝ 5.844 mg NaCl

塩化ナトリウム（NaCl：58.44）の量は次の硫酸ナトリウム（Na_2SO_4：142.04）の量と合わせて 8.0 % 以下である．

（3）　硫酸ナトリウム　本品約 1 g を精密に量り，水 10 mL に溶かし，エタノール（95）100 mL を加えて沸点近くで 2 時間加熱し，温時，沈殿をガラスろ過器（G4）でろ過し，沸騰エタノール（95）100 mL で洗い，水 150 mL で溶かして洗い込み，塩酸 10 mL を加えて沸騰するまで加熱し，塩化バリウム試液 25 mL を加え，一夜放置する．沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ 500 ～ 600 ℃ で恒量になるまで強熱した後，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

硫酸ナトリウム（Na_2SO_4）の量（mg）
　＝ 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.6086

（4）　未反応アルコール　本品約 10 g を精密に量り，水 100 mL に溶かし，エタノール（95）100 mL を加えて分液漏斗に入れ，石油ベンジン 50 mL ずつで 3 回抽出する．乳化して分離しにくいときは，塩化ナトリウムを加える．全石油ベンジン抽出液を合わせ，水 50 mL ずつで 3 回洗い，水浴上で石油ベンジンを留去し，次に 105 ℃ で 30 分間乾燥し，質量を量るとき，その量は 4.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，直接滴定）．

総アルコール量　本品約 5 g を精密に量り，水 150 mL 及び塩酸 50 mL を加え，還流冷却器を付け，4 時間煮沸する．冷後，ジエチルエーテル 75 mL ずつで 2 回抽出し，ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水浴上でジエチルエーテルを留去し，次に 105 ℃ で 30 分間乾燥し，質量を量るとき，その量は 59.0 % 以上である．

貯　法　容　　器　密閉容器.

ラウロマクロゴール

Lauromacrogol

ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルである.

性　状　本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリンよう若しくはろう状の固体で，特異なにおいがあり，味はやや苦く，わずかに刺激性である.

本品はエタノール（95），ジエチルエーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすい.

本品は水に溶けやすいか，又は微細な油滴状となる.

確認試験

（1）　本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト（Ⅱ）試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ，次にクロロホルム 5 mL を加え，振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する.

（2）　本品 0.35 g を四塩化炭素 10 mL に溶かした液につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の溶液法により，0.1 mm の固定セルを用いて測定するとき，波数 1347 cm^{-1}，1246 cm^{-1} 及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

純度試験

（1）　酸　本品 10.0 g をフラスコに入れ，中和エタノール 50 mL を加え，水浴上で 1 ～ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する．冷後，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき，液の色は赤色である.

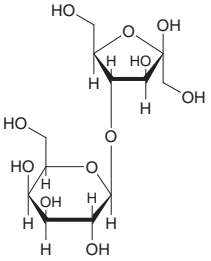
（2）　不飽和化合物　本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ，臭素試液 5 滴を加えるとき，試液の色は消えない.

強熱残分〈2.44〉　0.2 % 以下（1 g）.

貯　法　容　　器　気密容器.

ラクツロース

Lactulose



$C_{12}H_{22}O_{11}$：342.30

β-D-Galactopyranosyl-(1→4)-D-fructose　［*4618-18-2*］

本品は乳糖をアルカリの存在下で異性化し，イオン交換樹脂を用いて精製して得た水溶液である.

本品は定量するとき，ラクツロース（$C_{12}H_{22}O_{11}$）50.0 ～ 56.0 % を含む.

性　状　本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはなく，味は甘い.

本品は水又はホルムアミドと混和する.

確認試験

（1）　本品 0.7 g に水 10 mL，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1 → 25）10 mL 及び酢酸（100）0.2 mL を加え，5 ～ 10 分間水浴中で加熱するとき，液は青色を呈する.

（2）　本品 0.3 g と水 30 mL を混和し，0.5 mol/L ヨウ素試液 16 mL を加え，直ちに 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.5 mL を加えて 7 分間放置した後，薄めた硫酸（3 → 20）2.5 mL を加える．この液に液の色が淡黄色になるまで亜硫酸ナトリウム飽和溶液を加え，次にメチルオレンジ試液 3 滴を加え，水酸化ナトリウム溶液（4 → 25）で中和し，更に水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL をとり，フェーリング試液 5 mL を加えて 5 分間煮沸するとき，赤色の沈殿を生じる.

pH〈2.54〉　本品 2.0 g を水 15 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 5.5 である.

比　重〈2.56〉　d_{20}^{20}：1.320 ～ 1.360

純度試験

（1）　重金属〈1.07〉　本品 5.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える（5 ppm 以下）.

（2）　ヒ素〈1.11〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）.

（3）　ガラクトース及び乳糖　定量法で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラムのガラクトース及び乳糖に相当するピーク高さを測定し，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求めるとき，ガラクトースの量は 11 % 以下で，乳糖の量は 6 % 以下である.

ガラクトース（$C_6H_{12}O_6$）の量（mg）= $W_S \times (Q_{Ta} / Q_{Sa})$

W_S：D-ガラクトースの秤取量（mg）

乳糖（$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$）の量（mg）= $W_S \times (Q_{Tb} / Q_{Sb})$

W_S：乳糖水和物の秤取量（mg）

乾燥減量〈2.41〉　35 % 以下（0.5 g，減圧，80 ℃，5 時間）.

強熱残分〈2.44〉　0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法　本品約 1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にラクツロース標準品約 0.5 g，D-ガラクトース約 80 mg 及び乳糖水和物約 40 mg を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク高さに対するラクツロースのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める.

ラクツロース（$C_{12}H_{22}O_{11}$）の量（mg）= $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ラクツロース標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　D-マンニトール溶液（1 → 20）

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径 8 mm，長さ 50 cm のステンレス管に 11 μm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強酸性イオン交換樹脂（架橋度 6 %）を充てんする．

カラム温度：75 ℃ 付近の一定温度

移動相：水

流量：ラクツロースの保持時間が約 18 分になるように調整する．

システム適合性

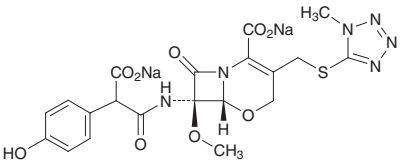
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラクツロース，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するラクツロース，ガラクトース及び乳糖の各々のピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ラタモキセフナトリウム

Latamoxef Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_9S$：564.44

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[2-carboxylato-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate　[*64953-12-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 830 ～ 940 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ラタモキセフ（$C_{20}H_{20}N_6O_9S$：520.47）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液（3 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 → 10）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用 3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 3.5 ppm 付近及び δ 4.0 ppm 付近にそれぞれ一対のシグナル A 及び B を示し，各シグナルの面積強度比 A：B はほぼ 1：1 である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－32 ～ －40°（脱水物に換算したもの 0.5 g，pH 7.0 のリン酸塩緩衝液，50 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.0 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品を，塊がある場合は粉末とし，1.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4）　類縁物質　本品 25 mg を水に溶かして 50 mL とし，試料溶液とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークに対する相対保持時間約 0.5 の 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積より大きくなく，相対保持時間約 1.7 のデカルボキシラタモキセフナトリウムのピーク面積は，標準溶液のラタモキセフのピーク面積の 2 倍より大きくない．ただし，1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積は感度係数 0.52 を乗じて補正する．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ラタモキセフのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　5.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，逆滴定）．

異性体比　本品 25 mg を水に溶かし，50 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 個のピークにつき，溶出順にその面積 A_a 及び A_b を測定するとき，A_a/A_b は 0.8 ～ 1.4 である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 7.7 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液 950 mL にメタノール 50 mL を加える．

流量：ラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフの 2 つのピークの分離度は 3 以上である．

システムの再現性：試料溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，ラタモキセフの 2 つのピークのうち，最初に溶出するピークの面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定量法 本品及びラタモキセフアンモニウム標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ラタモキセフ（$C_{20}H_{20}N_6O_9S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：ラタモキセフアンモニウム標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液 *m*-クレゾール溶液（3 → 200）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.94 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及び臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.60 g を水に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 750 mL にメタノール 250 mL を加える．

流量：ラタモキセフの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ラタモキセフ，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するラタモキセフのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯法

保存条件 5 ℃ 以下で保存する．

容器 気密容器．

ラッカセイ油

Peanut Oil

OLEUM ARACHIDIS

落花生油

本品はラッカセイ *Arachis hypogaea* Linné（*Leguminosae*）の種子から得た脂肪油である．

性状 本品は微黄色澄明の油で，においはないか，又はわずかにおいがあり，味は緩和である．

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する．

本品はエタノール（95）に溶けにくい．

比重 d^{25}_{25}：0.909 ～ 0.916

脂肪酸の凝固点：22 ～ 33 ℃

確認試験 本品 5 g に水酸化ナトリウム溶液（3 → 10）2.5 mL 及びエタノール（95）12.5 mL を加え，煮沸してけん化した後，蒸発してエタノールを除き，残留物を温湯 50 mL に溶かし，これに過量の希塩酸を加え，脂肪酸を遊離させる．この液を冷却して分離した脂肪酸をとり，ジエチルエーテル 75 mL に溶かし，酢酸鉛（Ⅱ）三水和物 1 g をエタノール（95）40 mL に溶かした液を加え，18 時間放置した後，液をろ過器に傾斜してろ過し，沈殿はジエチルエーテルを用いてこのろ過器に洗い込み吸引ろ過する．沈殿をビーカーに移し，希塩酸 40 mL 及び水 20 mL を加えて加熱し，油層が全く澄明となったとき，これを冷却して水層を傾斜して除く．脂肪酸に薄めた塩酸（1 → 100）50 mL を加え，煮沸した後，冷却して水層を除く．薄めた塩酸（1 → 100）50 mL を用い，更に 1 回この操作を繰り返した後，脂肪酸 0.1 g をとり，エタノール（95）10 mL に溶かし，これに硫化ナトリウム試液 2 滴を加えても暗色を呈しなくなったとき，脂肪酸を凝固させる．これをろ紙の間で圧して水分を除き，薄めたエタノール（9 → 10）25 mL を加え，わずかに加温して溶かし，15 ℃ に冷却して脂肪酸を析出させた後，ろ取し，薄めたエタノール（9 → 10）20 mL で洗浄する．薄めたエタノール（9 → 10）25 mL 及び 20 mL を用い，更に 1 回この操作を繰り返した後，デシケーター（酸化リン（Ⅴ），減圧）で 4 時間乾燥するとき，その融点〈*1.13*〉は 73 ～ 76 ℃ である．

酸価〈*1.13*〉 0.2 以下．

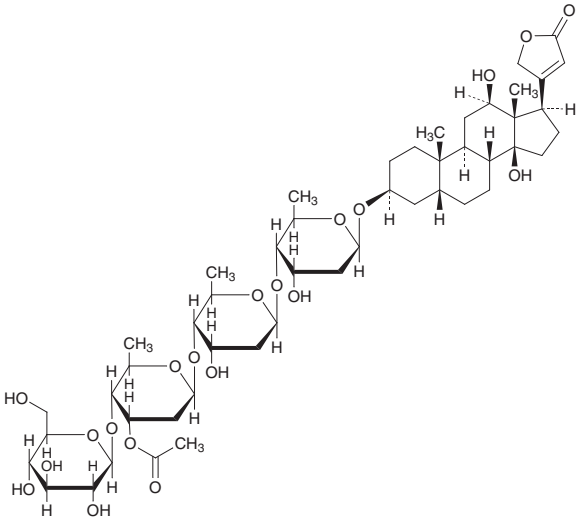
けん化価〈*1.13*〉 188 ～ 196

不けん化物〈*1.13*〉 1.5 % 以下．

ヨウ素価〈*1.13*〉 84 ～ 103

貯法 容器 気密容器．

ラナトシド C
Lanatoside C



$C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12

3*β*-[*β*-D-Glucopyranosyl-(1→4)-3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-*β*-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12*β*,14-dihydroxy-5*β*,14*β*-card-20(22)-enolide ［*17575-22-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）90.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験　本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり，塩化鉄（Ⅲ）六水和物の酢酸（100）溶液（1 → 10000）1 mL を加えて溶かし，硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき，境界面に褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる．

純度試験　類縁物質　本品 10 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品 1.0 mg をとり，メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧した後，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより大きくなく，かつ濃くない．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：+32 ～ +35°（乾燥後，0.5 g，メタノール，25 mL，100 mm）．

乾燥減量〈*2.41*〉 7.5 % 以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.5 % 以下（0.1 g）．

定 量 法　本品及びラナトシド C 標準品を乾燥し，その約 50 mg ずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に 25 mL とする．これらの液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれ遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ，2,4,6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 → 10）0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後，メタノールを加えて 25 mL とし，18 ～ 22 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，メタノール 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

ラナトシド C 錠
Lanatoside C Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$：985.12）を含む．

製　法　本品は「ラナトシド C」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「ラナトシド C」1 mg に対応する量をとり，ジエチルエーテル 3 mL を加え，振り混ぜてろ過し，残留物はジエチルエーテル 3 mL ずつで 2 回洗った後，風乾する．これにクロロホルム/メタノール混液（9：1）10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，残留物は更にクロロホルム/メタノール混液（9：1）5 mL ずつで 2 回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発し，液が少量となったとき，内径約 10 mm の小試験管に移し，更に水浴上で蒸発乾固し，以下「ラナトシド C」の確認試験を準用する．

（2）　定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にジクロロメタン/メタノール/水混液（84：15：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに希硫酸を均等に噴霧し，110 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，黒色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，水 5 mL を加えて加温して崩壊させ，

エタノール（95）30 mL を加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，1 mL 中にラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）約 5 μg を含む液となるようにエタノール（95）を加えて正確に V mL とし，ろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水 10 mL 及びエタノール（95）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び薄めたエタノール（17 → 20）2 mL ずつを正確に量り，あらかじめ 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液を正確に 10 mL ずつ入れた褐色の共栓試験管 T，S 及び B に加え，直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後，25 ～ 30 ℃ の一定温度で 40 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 355 nm，蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定する．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (V / 5000)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈6.10〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に適当な方法で脱気した薄めた塩酸（3 → 500）500 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL をとり，孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，エタノール（95）を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 500 mL とし，37 ± 0.5 ℃ で 60 分間加温した後，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液 3 mL ずつを正確に量り，それぞれを褐色共栓試験管 T，S 及び B に入れる．これらに 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに薄めた過酸化水素試液（1 → 100）0.2 mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜ，30 ～ 37 ℃ の一定温度で 45 分間放置する．これらの液につき，直ちに蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起の波長 355 nm，蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T，F_S 及び F_B を測定するとき，本品 6 個の 60 分間の個々の溶出率は 65 % 以上である．

本品には再試験の規定を適用しない．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C)$

W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，遮光した 100 mL のメスフラスコに入れ，エタノール（95）50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後，エタノール（95）を加えて 100 mL とし，ろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にラナトシド C 標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを遮光した共栓試験管に入れ，アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 3 mL を正確に加えてよく振り混ぜ，22 ～ 28 ℃ で 25 分間放置する．これらの液につき，エタノール（95）5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ラナトシド C（$C_{49}H_{76}O_{20}$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

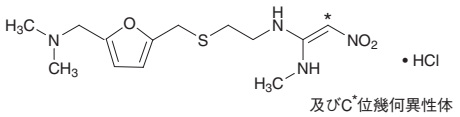
W_S：ラナトシド C 標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

ラニチジン塩酸塩

Ranitidine Hydrochloride
塩酸ラニチジン



$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$：350.86
(1*EZ*)-*N*-{2-[({5-[(Dimethylamino)methyl]furan-2-yl}methyl)sulfanyl]ethyl}-*N′*-methyl-2-nitroethene-1,1-diamine monohydrochloride ［*66357-59-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ラニチジン塩酸塩（$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$）97.5 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性又は細粒状の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール（99.5）に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約 140 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はラニチジン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したラニチジン塩酸塩標準品のスペク

トルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 6.0 である．

純度試験

（1） 溶状　本品の水溶液（1 → 10）は微黄色～淡黄色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質　本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 0.22 g をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする．この液 0.5 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）6 mL，4 mL，2 mL 及び 1 mL ずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）とする．別にラニチジンジアミン 12.7 mg をメタノールに溶かし，正確に 10 mL とし，標準溶液（6）とする．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4），標準溶液（5）及び標準溶液（6）につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．別に試料溶液 10 μL をスポットし，その上に標準溶液（6）10 μL をスポットする．速やかに酢酸エチル/2-プロパノール/アンモニア水（28）/水混液（25：15：5：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気を飽和した密閉ガラス容器中に標準溶液（5）から得たスポットが検出されるまで放置する．標準溶液（6）から得たスポットは，試料溶液から得た主スポットと完全に分離する．試料溶液から得た R_f 値約 0.7 のスポットは，標準溶液（1）から得たスポットより濃くなく，その他のスポットは，標準溶液（2）から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た各類縁物質のスポットの濃さを標準溶液（1），標準溶液（2），標準溶液（3），標準溶液（4）及び標準溶液（5）と比較して，各類縁物質の量を求めるとき，その合計量は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.75 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びラニチジン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg ずつを精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 200 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のラニチジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ラニチジン塩酸塩（$C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$）の量（mg）

$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ラニチジン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：322 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（1 → 5） 混液（17：3）

流量：ラニチジンの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品 20 mg 及びベンザルフタリド 5 mg を移動相 200 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ベンザルフタリド，ラニチジンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ラニチジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

加水ラノリン

Hydrous Lanolin

本品は「精製ラノリン」に水を加えたもので，「精製ラノリン」70 ～ 75 % を含む（蒸発残分による）．

性　状　本品は黄白色の軟膏よう物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶け，このとき，水分を分離する．

本品を水浴上で加熱して溶かすとき，澄明な油層及び水層に分離する．

融点：約 39 ℃

確認試験　本品 1 g をシクロヘキサン 50 mL に溶かし，分離した水を除く．シクロヘキサン液 1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸　価〈*1.13*〉 1.0 以下．

ヨウ素価　18 ～ 36　本品を水浴上で加熱し，ほとんど水分を蒸発した後，その約 0.8 g を 500 mL の共栓フラスコ中に精密に量り，シクロヘキサン 10 mL に溶かし，次にハヌス試液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して 20 ～ 30 ℃ で 1 時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価 $= \{(a - b) \times 1.269\} / W$

W：本品の秤取量（g）
a：空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）．
b：本品の試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）．

純度試験

（1） 液性　本品 5 g に水 25 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） アンモニア （1）の水層 10 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 水溶性有機物 （1）の水層 5 mL に 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.25 mL を加え，5 分間放置するとき，液の紅色は消えない．

（5） ワセリン　蒸発残分の残留物を乾燥したもの 1.0 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン 20 mg をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110 ℃ で 60 分加熱した薄層板を用いる．

蒸発残分　本品約 12.5 g を精密に量り，ジエチルエーテル 50 mL に溶かし，分液漏斗に入れ，分離した水層を別の分液漏斗に移し，ジエチルエーテル 10 mL を加えて振り混ぜ，ジエチルエーテル層を前の分液漏斗に合わせる．ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 3 g を加え，振り混ぜた後，乾燥ろ紙を用いてろ過し，分液漏斗及びろ紙はジエチルエーテル 20 mL ずつを用いて 2 回洗い，洗液はろ液に合わせ，水浴上でほとんどジエチルエーテルのにおいがなくなるまで蒸発した後，残留物をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥するとき，その量は 70 ～ 75 % である．

貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．
容　　器　密閉容器．

精製ラノリン

Purified Lanolin

ADEPS LANAE PURIFICATUS

本品はヒツジ *Ovis aries* Linné（*Bovidae*）の毛から得た脂肪よう物質を精製したものである．

性　状　本品は淡黄色～帯黄褐色の粘性の軟膏ようの物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに極めて溶けやすく，テトラヒドロフラン又はトルエンに溶けやすく，エタノール（95）に極めて溶けにくい．

本品は水にほとんど溶けないが，2 倍量の水を混和しても水を分離せず，軟膏ようの粘性がある．

融点：37 ～ 43 ℃

確認試験　本品のシクロヘキサン溶液（1 → 50）1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する．

酸　価〈1.13〉 1.0 以下．

ヨウ素価　18 ～ 36　本品約 0.8 g を 500 mL の共栓フラスコに精密に量り，シクロヘキサン 20 mL に溶かし，次にハヌス試液 25 mL を正確に加え，よく振り混ぜる．液が澄明にならないときは，更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後，密栓し，遮光して 20 ～ 30 ℃ で 1 時間時々振り混ぜながら放置する．次にヨウ化カリウム溶液（1 → 10）20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行う．

ヨウ素価 $= \{(a - b) \times 1.269\} / W$

W：本品の量（g）
a：空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
b：本品の試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）

純度試験

（1） 液性　本品 5 g に水 25 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，水層を分取するとき，その水層は中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの質量とし，ろ過する．ろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）．

（3） アンモニア （1）の水層 10 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない．

（4） 水溶性有機物 （1）の水層 5 mL に 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.25 mL を加え，5 分間放置するとき，液の紅色は消えない．

（5） ワセリン　本品 1.0 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，試料溶液とする．同様にワセリン 0.020 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1：1）10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの

液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にイソオクタンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに薄めた硫酸（1 → 2）を均等に噴霧し，80 ℃ で 5 分間加熱する．冷後，これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき，ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない．ただし，この試験には，イソオクタンを用いてあらかじめ上端まで展開し，風乾後，110 ℃ で 60 分加熱した薄層板を用いる．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

灰　分〈5.01〉 0.1 % 以下．

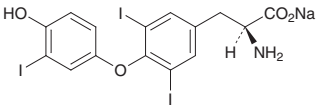
貯　法

保存条件　30 ℃ 以下で保存する．

容　　器　密閉容器．

リオチロニンナトリウム

Liothyronine Sodium



$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3-iodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate ［*55-06-1*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）95.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 5 分間加温するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品 0.02 g に硫酸数滴を加えて直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（3） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.02 g を強熱して炭化し，冷後，残留物に水 5 mL を加えて振り混ぜ，ろ過した液はナトリウム塩の定性反応（1）〈1.09〉を呈する．

旋 光 度〈2.49〉〔α〕$_D^{20}$：＋18 ～ ＋22°〔乾燥物に換算したもの 0.2 g，エタノール（95）/1 mol/L 塩酸試液混液（4：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1） 可溶性ハロゲン化物　本品 10 mg に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加えて混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL に希硝酸 1 滴及び水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加える．

（2） ヨウ素及びヨウ化物　本品 0.10 g に希水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 15 mL を加えて溶かした後，希硫酸 5 mL を加え，時々振り混ぜ 10 分間放置する．次にろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，クロロホルム 10 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液（1 → 100）3 滴を加え，30 秒間振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：ヨウ化カリウム 0.111 g を正確に量り，水に溶かし 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，希水酸化ナトリウム試液 10 mL，水 14 mL 及び希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液をネスラー管に入れ，以下同様に操作する．

（3） 類縁物質　本品 0.15 g を薄めたアンモニア試液（1 → 3）5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，薄めたアンモニア試液（1 → 3）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*-ブチルアルコール/ *t*-アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2-ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 4.0 % 以下（0.2 g，105 ℃，2 時間）．

定 量 法　本品約 25 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）10 mL 及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈1.06〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液 1 mL を加え，栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜる．水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ギ酸 0.5 mL を加え再び栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜ，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．A に窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし，直ちに希硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置した後，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 0.7477 mg $C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リオチロニンナトリウム錠

Liothyronine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するリオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$：672.96）を含む．

製　法　本品は「リオチロニンナトリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，表示量に従い「リオチロニンナトリウム」0.1 mg に対応する量をとり，共栓遠心沈殿管に入れ，希水酸化ナトリウム試液 30 mL を加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離する．その上澄液を分液漏斗に入れ，希塩酸 10 mL を加え，酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回抽出する．各抽出液は順次，漏斗上に無水硫酸ナトリウム 8 g をのせた脱脂綿を用いてろ過する．ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固し，残留物をメタノール 0.5 mL に溶かし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用リオチロニンナトリウム 10 mg をとり，メタノール 50 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*-ブチルアルコール/*t*-アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2-ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（2）　定量法で得た呈色液は青色を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，50 ℃ で 15 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この液を 5 分間遠心分離し，上澄液を必要ならばろ過する．この液一定量を正確に量り，1 mL 中にリオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）約 0.5 μg を含む液となるように 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え，正確に一定量とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 200 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比を求める．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 %以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール/薄めたリン酸（1 → 10）混液（9：1）溶液（1 → 250000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：225 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール（57 → 100）

流量：リオチロニンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：リオチロニンナトリウムの 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 2000000）5 mL に内標準溶液 1 mL を加え，システム適合性試験用溶液とする．この液 200 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リオチロニンの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 200 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）約 50 μg に対応する量を精密に量り，めのう製乳鉢に入れ，これに粉末にした炭酸カリウム 1 g を加えてよく混ぜ，注意してるつぼに移し，るつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にする．この乳鉢に更に粉末にした炭酸カリウム 1.5 g を加え，付着している内容物とよく混ぜ，注意して先のるつぼの上部に加え，再びたたいて密にする．これを 675 ～ 700 ℃ で 30 分間強熱し，冷後，水を加えて穏やかに加熱した後，ガラスろ過器（G4）を用いて 20 mL のメスフラスコにろ過する．残留物は水で洗い，洗液を合わせ，冷後，水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に定量用ヨウ化カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥し，その約 75 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，炭酸カリウム溶液（1 → 8）を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 2 mL を正確に量り，炭酸カリウム溶液（1 → 8）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを共栓試験管に入れ，薄めた硫酸（4 → 25）3.0 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 2.0 mL を加えて水浴上で 15 分間加熱する．冷後，薄めた亜硝酸ナトリウム試液（1 → 10）1.0 mL を加えて振り混ぜた後，アミド硫酸アンモニウム溶液（1 → 10）1.0 mL を加え，時々振り混ぜながら 10 分間室温に放置する．次にバレイショデンプン試液 1.0 mL 及び新たに製した薄めたヨウ化カリウム試液（1 → 40）1.0 mL を加えて振り混ぜた後，20 mL のメスフラスコに移し，共栓試験管は水を用いて洗い，洗液を合わせ，水を加えて 20 mL とし，10 分間放置する．これらの液につき，別に炭酸カリウム溶液（1 → 8）5 mL を用いて試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 600 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

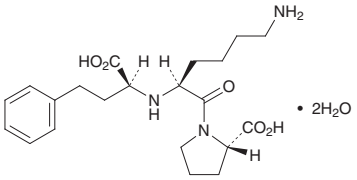
リオチロニンナトリウム（$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 2000) \times 1.3513$

W_S：定量用ヨウ化カリウムの秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　気密容器．

リシノプリル水和物

Lisinopril Hydrate
リシノプリル



$C_{21}H_{31}N_3O_5 \cdot 2H_2O$：441.52
(2*S*)-1-{(2*S*)-6-Amino-2-[(1*S*)-1-carboxy-3-phenylpropylamino]hexanoyl}pyrrolidine-2-carboxylic acid dihydrate　[*83915-83-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49）98.5 ～ 101.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

融点：約 160 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 1000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－43.0 ～ －47.0°（脱水物に換算したもの 0.25 g，pH 6.4 の 0.25 mol/L 酢酸亜鉛緩衝液，25 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品約 0.10 g を水 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約 1.2 のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 1/5 より大きくなく，リシノプリル及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 2/15 より大きくない．また，リシノプリル以外のピークの合計面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積より大きくない．

試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度
移動相 A：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）
移動相 B：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（3：2）
移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 10	90 → 50	10 → 50
10 ～ 25	50	50

流量：毎分 1.5 mL
面積測定範囲：溶媒のピークの後からリシノプリルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性
検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 15 μL から得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．
システムの性能：リシノプリル 10 mg 及び無水カフェイン溶液（1 → 1000）2 mL をとり，水を加えて 200 mL とする．この液 15 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，カフェインの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．
システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　8.0 ～ 9.5 %（0.3 g，容量滴定法，逆滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品約 0.66 g を精密に量り，水 80 mL に溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
$= 40.55$ mg $C_{21}H_{31}N_3O_5$

貯　法　容　　器　密閉容器．

リシノプリル錠
Lisinopril Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$：405.49）を含む．

製　法　本品は「リシノプリル水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）10 mg に対応する量をとり，メタノール 10 mL を加えて 20 分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にリシノプリル 10 mg をメタノール 10 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 30 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル/酢酸（100)/水/酢酸エチル混液（2：2：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，120 ℃ で加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品 20 個以上をとり，粉末とする．表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 25 mg に対応する量をとり，水 25 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 15 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリシノプリルに対する相対保持時間約 2.0 のジケトピペラジン体のピーク面積は，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 2/3 より大きくない．

試験条件

「リシノプリル水和物」の純度試験（2）の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能は「リシノプリル水和物」の純度試験（2）のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2.5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 15 μL から得たリシノプリルのピーク面積が，標準溶液のリシノプリルのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，本品の表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）1 mg 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 10)$$

W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）
C：1 錠中のリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量（mg）

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 20000）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，5 mg 錠では 60 分後，10 mg 錠及び 20 mg 錠では 90 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 5.6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に定量用リシノプリル（別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 15 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリシノプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 5 mg 錠の 60 分間及び 10 mg 錠の 90 分間の溶出率はそれぞれ 80 % 以上であり，20 mg 錠の 90 分間の溶出率は 75 % 以上である．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）
C：1 錠中のリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の表示量（mg）

試験条件

検出器，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

流量：リシノプリルの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 1000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リシノプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．表示量に従いリシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）約 5 mg に対応する量を精密に量り，内標準溶液 25 mL を正確に加え，20 分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別に定量用リシノプリル（別途「リシノプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定して

おく）約 10 mg を精密に量り，内標準溶液 50 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リシノプリル（$C_{21}H_{31}N_3O_5$）の量
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1/2)$

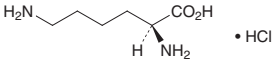
W_S：脱水物に換算した定量用リシノプリルの秤取量（mg）

内標準溶液　無水カフェイン溶液（1 → 20000）
試験条件
検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）
カラム：内径 4.0 mm，長さ 20 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．
カラム温度：60 ℃ 付近の一定温度
移動相：薄めた 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液（1 → 2）/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液（19：1）
流量：リシノプリルの保持時間が約 6 分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リシノプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 7 以上である．
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリシノプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　密閉容器．

L-リジン塩酸塩

L-Lysine Hydrochloride
塩酸リジン
塩酸 L-リジン



$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$：182.65
(2*S*)-2, 6-Diaminohexanoic acid monohydrochloride
［*657-27-2*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-リジン塩酸塩（$C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の粉末で，においはなく，わずかに特異な味がある．
本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験
（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を水に溶かし，60 ℃ で蒸発乾燥したものにつき，同様の試験を行う．
（2）　本品の水溶液（1 → 10）は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋19.0 ～ ＋21.5°（乾燥後，2 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.0 である．

純度試験
（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．
（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品 0.6 g をとり，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．
（3）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．
（4）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．
（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．
（6）　類縁物質　本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-プロパノール/アンモニア水（28）混液（67：33）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸（100）45 mL を加え，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 9.132 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$

貯　法　容　　器　気密容器．

リゾチーム塩酸塩

Lysozyme Hydrochloride

塩化リゾチーム

塩酸リゾチーム

$C_{616}H_{963}N_{193}O_{182}S_{10}$・*x*HCl

［*12650-88-3*，ニワトリ卵白リゾチーム］

本品はニワトリの卵白から得られる塩基性ポリペプチドの塩酸塩で，ムコ多糖分解作用を有する．

本品を定量するとき，換算した乾燥物に対し，その 1 mg 中にリゾチーム 0.9 mg（力価）以上を含む．

性　状　本品は白色の結晶又は結晶性，若しくは無晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

本品 3 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.0 である．

確認試験

（1）本品の pH 5.4 の酢酸塩緩衝液溶液（1 → 500）5 mL に，ニンヒドリン試液 1 mL を加え，10 分間加熱するとき，液は青紫色を呈する．

（2）本品の pH 5.4 の酢酸塩緩衝液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　溶状　本品の水溶液（3 → 200）5 mL に必要ならば希塩酸を加えて pH 3 に調整するとき，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.0 % 以下（0.1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　2.0 % 以下（0.5 g）．

窒素含量　本品につき，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行うとき，窒素（N：14.01）の量は換算した乾燥物に対し，16.8 ～ 18.6 % である．

定 量 法　本品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリゾチーム標準品（別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく）約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り，pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）は氷冷して保存する．あらかじめ 35 ℃ の水浴中で約 5 分間加温した塩化リゾチーム用基質試液 4 mL を正確に量り，これにあらかじめ 35 ℃ の水浴中で約 3 分間加温した試料溶液 100 μL を正確に加え，35 ℃ で正確に 10 分間放置した後，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 640 nm における吸光度 A_T を測定する．別に標準溶液（1）及び標準溶液（2）のそれぞれ 100 μL につき，試料溶液と同様に操作し，吸光度 A_{S1} 及び A_{S2} を測定する．

乾燥物に換算した 1 mg 中のリゾチームの量［mg(力価)］

$$= (W_S / 2W_T) \times \{(A_{S1} - A_T) / (A_{S1} - A_{S2}) + 1\}$$

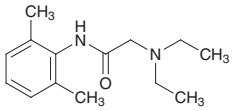
W_S：乾燥物に換算したリゾチーム標準品の秤取量［mg(力価)］

W_T：乾燥物に換算した本品の秤取量［mg(力価)］

貯　法　容　　器　気密容器．

リドカイン

Lidocaine



$C_{14}H_{22}N_2O$：234.34

2-Diethylamino-*N*-(2,6-dimethylphenyl)acetamide

［*137-58-6*］

本品を乾燥したものは定量するとき，リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，酢酸（100）又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は，希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品 0.04 g をとり，1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

融　点〈*2.60*〉　66 ～ 69 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし，水を加

えて 10 mL とするとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.6 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.041 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.096 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 10）10 mL を加え，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硫酸 1 mL を加え，以下第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（5） 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液（5：3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾し，更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する．冷後，これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，24 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）20 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 1 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 23.43 mg $C_{14}H_{22}N_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

リドカイン注射液

Lidocaine Injection

塩酸リドカイン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl：270.80）を含む．

製 法 本品は「リドカイン」をとり，対応量の「塩酸」を加え，注射剤の製法により製する．

本品は静脈注射剤として製するときは，保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験 本品の表示量に従い塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl）0.02 g に対応する容量をとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後，ヘキサン 20 mL で抽出する．ヘキサン抽出液 10 mL をとり，1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後，水層につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉 容器に 10 mL を超えて充てんされた静脈注射剤は，試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl）約 0.1 g に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別に定量用リドカインをデシケーター（減圧，シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 85 mg を精密に量り，1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及び 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，内標準溶液 10 mL を正確に加えた後，更に 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

塩酸リドカイン（$C_{14}H_{22}N_2O$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.1556$

W_S：定量用リドカインの秤取量（mg）

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液（11：9）1000 mL に溶かす．

流量：リドカインの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，リドカイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

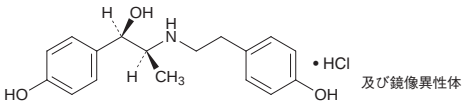
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリドカインのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 密封容器．

リトドリン塩酸塩

Ritodrine Hydrochloride

塩酸リトドリン



$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81

(1*RS*,2*SR*)−1−(4−Hydroxyphenyl)−2−{[2−(4−hydroxyphenyl)ethyl]amino}propan−1−ol monohydrochloride

[*23239−51−2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（99.5）に溶けやすい．

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

本品は光により徐々に淡黄色となる．

融点：約 196 ℃（分解）．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 20000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリトドリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.5 ～ 5.5 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 20 mg を移動相 20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリトドリンのピークに対する相対保持時間約 1.2 のトレオ体のピーク面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 4/5 より大きくなく，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 3/10 より大きくない．また，試料溶液のリトドリン及びリトドリンのトレオ体以外のピークの合計面積は，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 4 倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

流量：リトドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリトドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たリトドリンのピーク面積が，標準溶液のリトドリンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸リトドリン約 20 mg に移動相 50 mL 及び硫酸 5.6 mL を加え，更に移動相を加えて 100 mL とする．この液の一部を約 85 ℃ で約 2 時間加熱し，放冷する．この液 10 mL を正確に量り，2 mol/mL 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加える．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，リトドリンのトレオ体の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0 % 以下（1 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びリトドリン塩酸塩標準品を乾燥し，その約 30 mg ずつを精密に量り，メタノールに溶かし，それぞれを正確に 50 mL とする．これらの液 25 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム　6.6 g 及び 1−ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水 700 mL に溶かした後，メタノール 300 mL を加える．この

液にリン酸を加え，pH 3.0 に調整する．

流量：リトドリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リトドリン塩酸塩錠

Ritodrine Hydrochloride Tablets

塩酸リトドリン錠

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl：323.81）を含む．

製　法　本品は「リトドリン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液 10 mL をとり，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 272 ～ 276 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 9 mL を加え，完全に崩壊するまで振り混ぜた後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL とする．孔径 0.45 μm のメンブランフィルターを用いてろ過し，ろ液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 3 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 10000）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）約 5.6 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 80 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリトドリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき，本品の 15 分間の溶出率は 80 % 以上である．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のリトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3$・HCl）の表示量（mg）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 80 μL につき，上記の条件で試験をするとき，リトドリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 80 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リトドリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である．

定 量 法　本品 20 個をとり，0.01 mol/L 塩酸試液 150 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする．ガラスろ過器（G4）でろ過し，初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 30 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にリトドリン塩酸塩標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 25 mg を精密に量り，0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし正確に 50 mL とする．この液 30 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リトドリン塩酸塩（$C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 4$

W_S：リトドリン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液（3 → 5000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 6.6 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水 700 mL に溶かした後，メタノール 300 mL を加える．この液にリン酸を加え，pH 3.0 に調整する．

流量：リトドリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，リトドリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

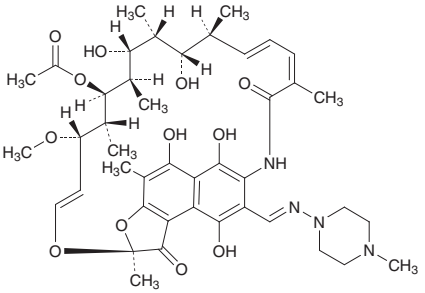
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リファンピシン

Rifampicin



$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94

(2*S*,12*Z*,14*E*,16*S*,17*S*,18*R*,19*R*,20*R*,21*S*,22*R*,23*S*,24*E*)-5,6,9,17,19-Pentahydroxy-23-methoxy-2,4,12,16,18,20,22-heptamethyl-8-(4-methylpiperazin-1-yliminomethyl)-1,11-dioxo-1,2-dihydro-2,7-(epoxypentadeca[1,11,13]trienimino)naphtho[2,1-*b*]furan-21-yl acetate　[*13292-46-1*]

本品は，*Streptomyces mediterranei* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 970 ～ 1020 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品はだいだい赤色～赤褐色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，アセトニトリル，メタノール又はエタノール（95）に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 5000）5 mL に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリファンピシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後，速やかに行う．本品 0.10 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし，原液とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別に，原液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約 0.7 のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない．また，試料溶液のリファンピシン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積より大きくなく，かつそれらのピークの合計面積は，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 3.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリファンピシンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 20 mL とする．この液 50 μL から得られたリファ

ンピシンのピーク面積が，標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈2.41〉 2.0 % 以下（1 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品及びリファンピシン標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に 200 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）の量［μg(力価)］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物 4.2 g 及び過塩素酸ナトリウム 1.4 g を水/アセトニトリル/pH 3.1 のリン酸塩緩衝液混液（11：7：2）1000 mL に溶かす．

流量：リファンピシンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：リファンピシンのアセトニトリル溶液（1 → 5000）5 mL にパラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 5000）1 mL を加えた後，クエン酸・リン酸塩・アセトニトリル試液を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

リファンピシンカプセル
Rifampicin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の 93.0 ～ 105.0 % に対応するリファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$：822.94）を含む．

製 法 本品は「リファンピシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験 本品の内容物を取り出し，よく混和し，必要ならば粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」20 mg（力価）に対応する量をメタノール 100 mL に溶かし，ろ過する．ろ液 5 mL に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 234 ～ 238 nm，252 ～ 256 nm，331 ～ 335 nm 及び 472 ～ 476 nm に吸収の極大を示す．

純度試験 類縁物質 本操作は，試料溶液及び標準溶液を調製後速やかに行う．本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約 20 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリファンピシンに対する相対保持時間約 0.5 のキノン体及び約 1.2 の *N*-オキシド体の量は，それぞれ 4.0 % 以下及び 1.5 % 以下である．また，上記のピーク以外の各々の類縁物質の量は 1.0 % 以下であり，それらの類縁物質の総量は 2.0 % 以下である．ただし，キノン体及び *N*-オキシドのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数 1.24 及び 1.16 を乗じた値とする．

キノン体の量（mg）$= (W_S / W_T) \times (A_{Ta} / A_S) \times 2.48$

N-オキシドの量（mg）$= (W_S / W_T) \times (A_{Tb} / A_S) \times 2.32$

その他の個々の類縁物質の量（mg）
$= (W_S / W_T) \times (A_{Ti} / A_S) \times 2$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg(力価)］
W_T：本品の秤取量［mg(力価)］
A_S：標準溶液のピーク面積
A_{Ta}：キノン体のピーク面積
A_{Tb}：*N*-オキシドのピーク面積
A_{Ti}：その他の個々の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 2.1 g，クエン酸一水和物 6.5 g 及びリン酸二水素カリウム 2.3 g を水 1100 mL に溶かし，アセトニトリル 900 mL を加える．

流量：リファンピシンの保持時間が約 12 分になるように

調整する．

面積測定範囲：リファンピシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たリファンピシンのピーク面積が標準溶液のリファンピシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，リファンピシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2500 段以上，4.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉 質量偏差試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．本品の表示量に従い「リファンピシン」約 75 mg（力価）に対応する量を精密に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリファンピシン標準品約 30 mg（力価）を精密に量り，アセトニトリル/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のリファンピシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リファンピシン（$C_{43}H_{58}N_4O_{12}$）の量［mg（力価）］
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (5 / 2)$

W_S：リファンピシン標準品の秤取量［mg（力価）］

試験条件

「リファンピシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：リファンピシン標準品 30 mg（力価）をアセトニトリル/メタノール混液（1：1）20 mL に溶かし，アセトニトリルを加えて 100 mL とする．この液 5 mL をとり，パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル/メタノール混液（1：1）溶液（1 → 5000）2 mL を加えた後，クエン酸一水和物 2.1 g，リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.6 g 及びリン酸二水素カリウム 3.1 g を水/アセトニトリル混液（3：1）1000 mL に溶かした液を加えて 50 mL とする．この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸ブチル，リファンピシンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である．

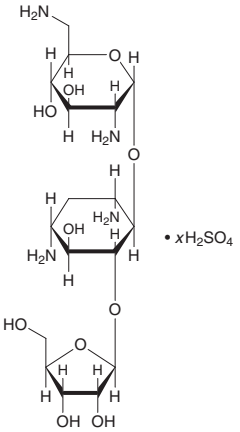
システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，リファンピシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

リボスタマイシン硫酸塩

Ribostamycin Sulfate

硫酸リボスタマイシン



$C_{17}H_{34}N_4O_{10} \cdot xH_2SO_4$

2,6-Diamino-2,6-dideoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→4)-[β-D-ribofuranosyl-(1→5)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

［*53797-35-6*］

本品は，*Streptomyces ribosidificus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物 1 mg 当たり 680 ～ 780 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，リボスタマイシン（$C_{17}H_{34}N_4O_{10}$：454.47）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色～黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験

（1） 本品 20 mg を pH 6.0 のリン酸塩緩衝液 2 mL に溶かし，ニンヒドリン試液 1 mL を加えて煮沸するとき，液は青紫色を呈する．

（2） 本品及びリボスタマイシン硫酸塩標準品 0.12 g ずつを水 20 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た

主スポット及び標準溶液から得たスポットは紫褐色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

（3） 本品の水溶液（1 → 5）2 mL に塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋42 ～ ＋49°（乾燥後，0.25 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ～ 8.0 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき，液は無色澄明～微黄色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.12 g を水に溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にリン酸二水素カリウム溶液（3 → 40）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し，100 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 5.0 % 以下（0.5 g，減圧・0.67 kPa 以下，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 1.0 % 以下（1 g）．

定量法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 1）の i を用いる．

（iii） 標準溶液 リボスタマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，薄めた pH 6.0 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）に溶かして正確に 50 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ～ 15 ℃ 以下に保存し，20 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

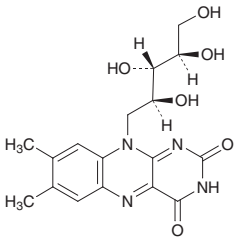
（iv） 試料溶液 本品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 50 mL とする．この液適量を正確に量り，pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg（力価）及び 5 μg（力価）を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法 容器 気密容器．

リボフラビン

Riboflavin

ビタミン B_2



$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36

7,8-Dimethyl-10-[(2*S*,3*S*,4*R*)-2,3,4,5-tetrahydroxypentyl]benzo[*g*]pteridine-2,4(3*H*,10*H*)-dione

[*83-88-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）98.0 % 以上を含む．

性状 本品は黄色～だいだい黄色の結晶で，わずかににおいがある．

本品は水に極めて溶けにくく，エタノール（95），酢酸（100）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品の飽和水溶液は中性である．

本品は光によって分解する．

融点：約 290 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で 10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリボフラビン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：－128 ～ －142° 本品を乾燥後，その約 0.1 g を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液 4 mL を正確に加えて溶かし，新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えた後，よく振り混ぜながら無アルデヒドエタノール 4 mL を正確に加え，更に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 20 mL とし，30 分以内に層長 100 mm で測定する．

純度試験 ルミフラビン 本品 25 mg にエタノール不含クロロホルム 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 2.0 mL に水を加えて 1000 mL とする．

乾燥減量〈*2.41*〉 1.5 % 以下（0.5 g，105 ℃，2 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液 5 mL につき 0.02 g の割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度 A_T' 及び A_S' を測定する．

リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）

$$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

リボフラビン散

Riboflavin Powder

ビタミン B_2 散

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 115 % に対応するリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36）を含む．

製 法 本品は「リボフラビン」をとり，散剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「リボフラビン」1 mg に対応する量をとり，水 100 mL を加えて振り混ぜてろ過し，ろ液につき，「リボフラビン」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

純度試験 変敗 本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）約 15 mg に対応する量を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，時々振り混ぜながら 30 分間加温して抽出する．冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，ガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下「リボフラビン」の定量法を準用する．

リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）

$$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

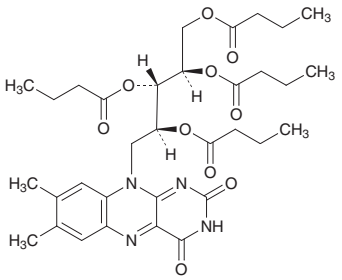
容 器 気密容器．

リボフラビン酪酸エステル

Riboflavin Butyrate

ビタミン B_2 酪酸エステル

酪酸リボフラビン



$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$：656.72

(2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-Dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)pentan-1,2,3,4-tetrayl tetrabutanoate ［*752-56-7*］

本品を乾燥したものは定量するとき，リボフラビン酪酸エステル（$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品はだいだい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はメタノール，エタノール（95）又はクロロホルムに溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって分解する．

確認試験

（1） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で，強い帯黄緑色の蛍光を発し，この蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を加えるとき消える．

（2） 本品 0.01 g をエタノール（95）5 mL に溶かし，水酸化ナトリウム溶液（3 → 20）/塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液（3 → 20）混液（1：1）2 mL を加え，よく振り混ぜた後，塩酸 0.8 mL 及び塩化鉄（Ⅲ）試液 0.5 mL を加え，更にエタノール（95）8 mL を加えるとき，液は濃赤褐色を呈する．

（3） 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

融 点〈*2.60*〉 146 ～ 150 ℃

純度試験

（1） 塩化物 本品 2.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，希硝酸 24 mL 及び水を加えて 100 mL とする．よく振り混ぜ 10 分間放置した後，ろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液 25 mL をとり，水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて 5 分間放置するとき，液の混濁は，次の比較液より濃くない．

比較液：試料溶液 25 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え，10 分間放置した後，ろ過する．沈殿を水 5 mL で 4 回洗い，洗液はろ液に合わせ，0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及び水を加えて 50 mL とし，更に水 1 mL を追加して混和する（0.021 % 以下）．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 遊離酸　本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え，振り混ぜてろ過する．ろ液 25 mL をとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき，液の色は赤色である．

（4） 類縁物質　本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/2-プロパノール混液（9：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品を乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，エタノール（95）に溶かし，正確に 500 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（2 → 75）150 mL に加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 500 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

リボフラビン酪酸エステル（$C_{33}H_{44}N_4O_{10}$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1.7449 \times (1/2)$$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

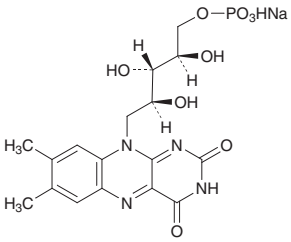
リボフラビンリン酸エステルナトリウム

Riboflavin Sodium Phosphate

ビタミン B_2 リン酸エステル

リン酸リボフラビン

リン酸リボフラビンナトリウム



$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$：478.33

Monosodium (2*R*,3*S*,4*S*)-5-(7,8-dimethyl-2,4-dioxo-3,4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2,3,4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate ［*130-40-5*］

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リボフラビンリン酸エステルナトリウム（$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$）92.0 % 以上を含む．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味はやや苦い．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95），クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって分解する．

本品は極めて吸湿性である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 100000）は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する．この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき，液の色及び蛍光は消えるが，空気中で振り混ぜるとき，徐々に再び現れる．また，液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える．

（2） 本品の水溶液（1 → 100000）10 mL を共栓試験管にとり，水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，20 ～ 40 ℃ で 10 ～ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後，酢酸（31）0.5 mL を加えて酸性とし，クロロホルム 5 mL を加え，よく振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する．

（3） 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品 0.05 g に硝酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，更に強熱する．残留物に薄めた硝酸（1 → 50）10 mL を加えて 5 分間煮沸する．冷後，アンモニア試液を加えて中性とし，必要ならばろ過するとき，液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋38 ～ ＋43°（脱水物に換算したもの 0.3 g，5 mol/L 塩酸試液，20 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

純度試験

（1） 溶状　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき，液は黄色～だいだい黄色澄明である．

（2） ルミフラビン　本品 35 mg にエタノール不含クロロホルム 10 mL を加え，5 分間振り混ぜてろ過する．ろ液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：1/60 mol/L 二クロム酸カリウム液 3.0 mL に水を加えて 1000 mL とする．

（3） 遊離リン酸　本品約 0.4 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ，七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ，水を加えて 25 mL とし，20±1 ℃ で 30 分間放置する．これらの液につき，水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行う．試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，遊離リン酸の量は 1.5 % 以下である．

遊離リン酸（H_3PO_4）の含量（%）

$= (A_T / A_S) \times (1 / W) \times 257.8$

W：脱水物に換算した本品の秤取量（mg）

水　分〈2.48〉 水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液（1：1）25 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり，水分測定用試液で終点まで滴定する．次に本品約 0.1 g を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，過量の水分測定用試液の一定量を加え，10 分間かき混ぜた後，試験を行うとき，水分は 10.0 % 以下である．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品約 0.1 g を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）に溶かし，正確に 1000 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする．別にリボフラビン標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し，その約 15 mg を精密に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 400）800 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に 1000 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 445 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定した後，亜ジチオン酸ナトリウムをそれぞれの液 5 mL につき 0.02 g の割合で加え，振り混ぜて脱色し，直ちにこれらの液の吸光度 A_T' 及び A_S' を測定する．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム（$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$）の量（mg）

$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\} \times 1.2709 \times 5$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液

Riboflavin Sodium Phosphate Injection

ビタミン B_2 リン酸エステル注射液

リン酸リボフラビン注射液

リン酸リボフラビンナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 120 % に対応するリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$：376.36）を含む．

本品の濃度はリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量で表示する．

製　法　本品は「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は黄色～だいだい黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 7.0

確認試験

（1） 本品の表示量に従い「リボフラビン」1 mg に対応する容量をとり，水を加えて 100 mL とし，この液につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験（1）及び（2）を準用する．

（2） 本品の表示量に従い「リボフラビン」0.05 g に対応する容量をとり，水浴上で蒸発乾固し，残留物につき，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の確認試験（4）を準用する．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のリボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）約 15 mg に対応する容量を正確に量り，薄めた酢酸（100）（1 → 500）を加えて正確に 1000 mL とし，試料溶液とする．以下，「リボフラビンリン酸エステルナトリウム」の定量法を準用する．

リボフラビン（$C_{17}H_{20}N_4O_6$）の量（mg）

$= W_S \times \{(A_T - A_T') / (A_S - A_S')\}$

W_S：リボフラビン標準品の秤取量（mg）

貯　法

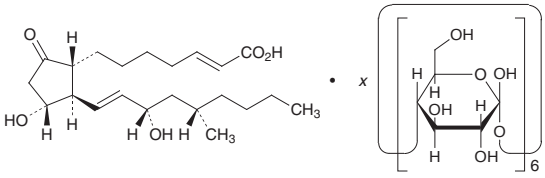
保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

リマプロスト　アルファデクス

Limaprost Alfadex

リマプロストアルファデクス



$C_{22}H_{36}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

(2*E*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*)-3-Hydroxy-2-[(1*E*,3*S*,5*S*)-3-hydroxy-5-methylnon-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl}hept-2-enoic acid—α-cyclodextrin

[*100459-01-6*（リマプロスト：アルファデクス＝ 1：1 包接化合物）]

本品はリマプロストの α-シクロデキストリン包接化合物である．

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，リマプロスト（$C_{22}H_{36}O_5$：380.52）2.8 ～ 3.2 % を含む．

性　状　本品は白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール（99.5）に極めて溶けにくく，酢酸エチルにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品 20 mg を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，試料溶液（1）とする．別に本品 20 mg に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上澄液をとり，試料溶液（2）とする．これらの液につき，溶媒を減圧で留去し，残留物に硫酸 2 mL を加えて 5 分間振り混ぜるとき，試料溶液（1）から得た液はだいだい黄色を呈するが試料溶液（2）から得た液は呈しない．

（2）　本品 20 mg を水 5 mL に溶かし，酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後，遠心分離して上層液をとり，溶媒を減圧で留去する．残留物をエタノール（95）2 mL に溶かし，1,3-ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え，氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール（95）溶液（17 → 100）5 mL を加えた後，氷冷して暗所に 20 分間放置するとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品 50 mg にヨウ素試液 1 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，放置するとき，暗青色の沈殿を生じる．

（4）　本品の希エタノール溶液（3 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，200 ～ 400 nm に吸収の極大を認めない．また，この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$_D^{20}$：＋125 ～ ＋135°（脱水物に換算したもの 0.1 g，希エタノール，20 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　試料溶液は調製後，速やかに試験を行う．本品 0.10 g を水 2 mL に溶かし，エタノール（95）1 mL を加え，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液（1）とする．標準溶液（1）3 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）3 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のリマプロストに対する相対保持時間約 1.1 の 17-エピ体及び相対保持時間約 2.1 の 11-デオキシ体のピーク面積は，標準溶液（2）のリマプロストのピーク面積より大きくなく，主ピーク及びこれら以外の個々のピーク面積は標準溶液（2）のリマプロストのピーク面積の 1/3 より大きくない．また，試料溶液のリマプロスト以外のピークの合計面積は，標準溶液（1）のリマプロストのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリマプロストの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液（1）1 mL を正確に量り，希エタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 3 μL から得たリマプロストのピーク面積が，標準溶液（1）から得たリマプロストのピーク面積の 8 ～ 12 % になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液（1）3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リマプロストのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　6.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法　本品約 0.1 g を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加え，試料溶液とする．別にリマプロスト標準品約 3 mg を精密に量り，水 5 mL に溶かし，内標準溶液 5 mL を正確に加えて標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 3 μL につき，次の試験条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

リマプロスト（$C_{22}H_{36}O_5$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：リマプロスト標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール（95）溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/液体ク

ロマトグラフィー用アセトニトリル/液体クロマトグラフィー用 2-プロパノール混液（9：5：2）

流量：リマプロストの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，リマプロストの順に溶出し，その分離度は 7 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して，－10 ℃ 以下で保存する．

容　　器　気密容器．

硫酸亜鉛水和物

Zinc Sulfate Hydrate

硫酸亜鉛

$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）99.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，収れん性で特異な味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 6.0 である．

本品は乾燥空気中で風解する．

確認試験　本品の水溶液（1 → 20）は亜鉛塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　重金属　本品 1.0 g をネスラー管にとり，水 10 mL に溶かし，シアン化カリウム試液 20 mL を加え，よく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 2 滴を加え，5 分後に白紙を背景として上方から観察するとき，次の比較液より濃くない．

比較液：鉛標準液 1.0 mL に水 10 mL 及びシアン化カリウム試液 20 mL を加えてよく振り混ぜ，硫化ナトリウム試液 2 滴を加える（10 ppm 以下）．

（3）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品 2.0 g を水 150 mL に溶かし，硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ，水を加えて正確に 200 mL としてよく振り混ぜ，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 100 mL を正確に量り，蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残留物は 5.0 mg 以下である．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法　本品約 0.3 g を精密に量り，水に溶かし正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 100 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝ 2.876 mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

硫酸亜鉛点眼液

Zinc Sulfate Ophthalmic Solution

本品は定量するとき，硫酸亜鉛水和物（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$：287.58）0.27 ～ 0.33 w/v% を含む．

製　法

硫酸亜鉛水和物	3 g
ホウ酸	20 g
塩化ナトリウム	5 g
ウイキョウ油	2 mL
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品はホウ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（3）　本品は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 25 mL を正確に量り，水 100 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え，0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝ 2.876 mg $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

乾燥硫酸アルミニウムカリウム

Dried Aluminum Potassium Sulfate

焼ミョウバン

$AlK(SO_4)_2$：258.21

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム〔$AlK(SO_4)_2$〕98.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色の塊又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，収れん性がある．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶

けない．

本品は水に徐々に溶ける．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉，カリウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（3）及び（4）並びに硫酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 水不溶物 本品 2.0 g に水 40 mL を加え，しばしば振り混ぜた後，48 時間放置し，不溶物をガラスろ過器（G4）を用いてろ取し，水 50 mL で洗い，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その量は 50 mg 以下である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 0.5 g を水 45 mL に溶かし，必要ならばろ過し，これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（40 ppm 以下）．

（3） 鉄〈1.10〉 本品 0.54 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（37 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 15.0 % 以下（2 g，200 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1.2 g を精密に量り，水 80 mL を加え，水浴上で時々振り混ぜながら 20 分間加熱し，冷後，水を加えて正確に 100 mL とする．必要ならばろ過し，初めのろ液 30 mL を除き，次のろ液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 12.91 mg $AlK(SO_4)_2$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸アルミニウムカリウム水和物

Aluminum Potassium Sulfate Hydrate

ミョウバン

硫酸アルミニウムカリウム

$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$：474.39

本品は定量するとき，硫酸アルミニウムカリウム水和物〔$AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$〕99.5 % 以上を含む．

性 状 本品は無色～白色の結晶又は粉末で，においはなく，味はやや甘く，強い収れん性がある．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は酸性である．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉，カリウム塩の定性反応〈1.09〉の（1），（3）及び（4）並びに硫酸塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（3）を呈する．

純度試験

（1） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（2） 鉄〈1.10〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，A 法により試験を行う．比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 0.6 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（3.3 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 4.5 g を精密に量り，水に溶かし正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え，pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後，5 分間煮沸し，冷後，エタノール（95）55 mL を加え，0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 23.72 mg $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸カリウム

Potassium Sulfate

K_2SO_4：174.26

本品を乾燥したものは定量するとき，硫酸カリウム（K_2SO_4）99.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，わずかに塩味及び苦味がある．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

確認試験 本品の水溶液（1 → 20）はカリウム塩及び硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状及び液性 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4） ナトリウム 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし，炎色反応試験（1）〈1.04〉を行うとき，持続する黄色を呈しない．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 0.40 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（5 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，水 200 mL 及び塩酸 1.0 mL を加えて煮沸し，熱塩化バリウム試液 8 mL を徐々に加える．この混液を水浴上で 1 時間加熱した後，沈殿をろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い，乾燥し，徐々に温度を上げ 500 ～ 600 ℃ で恒量になるまで強熱し，質量を量り，硫酸バリウム（$BaSO_4$：233.39）の量とする．

硫酸カリウム（K_2SO_4）の量（mg）
= 硫酸バリウム（$BaSO_4$）の量（mg）× 0.7466

貯 法 容 器 密閉容器．

硫酸鉄水和物

Ferrous Sulfate Hydrate
硫酸鉄

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$：278.01

本品は定量するとき，硫酸鉄水和物（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）98.0 ～ 104.0 % を含む．

性 状 本品は淡緑色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は収れん性である．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は乾燥空気中で風解しやすく，湿った空気中で結晶の表面が黄褐色となる．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）は第一鉄塩及び硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL 及び希硫酸 1 mL を加えて溶かすとき，液は澄明である．

（2） 酸 本品を粉末とし，その 5.0 g にエタノール（95）50 mL を加え，2 分間よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液 25 mL に水 50 mL，ブロモチモールブルー試液 3 滴及び希水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき，液は青色である．

（3） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g を磁製皿にとり，王水 3 mL に溶かし，水浴上で蒸発乾固する．残留物を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし，分液漏斗に移す．磁製皿を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い，洗液を分液漏斗に合わせ，ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回，次にジエチルエーテル 20 mL で振り混ぜた後，静置し，分離したジエチルエーテル層を除く．水層に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g を加えて溶かし，水浴上で 10 分間加熱し，冷後，アンモニア水（28）を滴加して液の pH を 3 ～ 4 に調整した後，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は磁製皿に鉛標準液 2.5 mL を入れ，王水 3 mL を加え，以下同様に操作する（25 ppm 以下）．

（4） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り，水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加えて溶かし，リン酸 2 mL を加え，直ちに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定〈2.50〉する．

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL
= 27.80 mg $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

貯 法 容 器 気密容器．

硫酸バリウム

Barium Sulfate

$BaSO_4$：233.39

性 状 本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は塩酸，硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない．

確認試験

（1） 本品 0.5 g をるつぼにとり，無水炭酸ナトリウム及び炭酸カリウムそれぞれ 2 g を加えてよく混ぜ，加熱して融解し，冷後，熱湯を加え，かき混ぜてろ過し，ろ液に塩酸を加えて酸性とした液は硫酸塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） （1）の熱湯不溶物を水で洗った後，酢酸（31）2 mL に溶かし，必要ならばろ過する．この液はバリウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する．

純度試験

（1） 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加え，5 分間振り混ぜるとき，液は中性である．

（2） リン酸塩 本品 1.0 g に硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加えて 5 分間煮沸し，冷後，水を加えてもとの容量とし，希硝酸で洗ったろ紙でろ過し，ろ液に等容量の七モリブデン酸六アンモニウム試液を加え，50 ～ 60 ℃ で 1 時間放置するとき，黄色の沈殿を生じない．

（3） 硫化物 本品 10 g を 250 mL の三角フラスコにとり，希塩酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，10 分間煮沸するとき，発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変しない．

（4） 重金属〈1.07〉 本品 5.0 g に酢酸（100）2.5 mL 及び水 50 mL を加え，10 分間煮沸し，冷後，アンモニア試液 0.5 mL 及び水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.5 mL に酢酸（100）1.25 mL，アンモニア試液 0.25 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈1.11〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（1 ppm 以下）．

（6） 塩酸可溶物及び可溶性バリウム塩 （3）の液を冷却し，水を加えて 100 mL とし，ろ過する．ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固する．これに塩酸 2 滴及び温湯 10 mL を加え，定量分析用ろ紙を用いてろ過し，温湯 10 mL で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で再び蒸発乾固し，残留物を 105 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その量は 15 mg 以下である．残留物のある場合は，これに水 10 mL を加え，振り混ぜてろ過し，ろ液に希硫酸 0.5 mL を加え，30 分間

放置するとき，液は混濁しない．

貯　法　容　　器　密閉容器．

硫酸マグネシウム水和物

Magnesium Sulfate Hydrate

硫酸マグネシウム

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47

本品を強熱したものは定量するとき，硫酸マグネシウム（$MgSO_4$：120.37）99.0 % 以上を含む．

性　状　本品は無色又は白色の結晶で，味は苦く，清涼味及び塩味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験　本品の水溶液（1 → 40）はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 8.2 である．

純度試験

（1）　溶状　本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品 1.0 g をとり，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（4）　亜鉛　本品 2.0 g を水 20 mL に溶かし，酢酸（31）1 mL 及びヘキサシアノ鉄（Ⅱ）酸カリウム試液 5 滴を加えるとき，液は混濁しない．

（5）　カルシウム　本品 1.0 g に希塩酸 5.0 mL 及び水を加えて溶かし，100 mL とし，試料溶液とする．別に本品 1.0 g をとり，カルシウム標準液 2.0 mL，希塩酸 5.0 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液の吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき，A_T は $A_S - A_T$ より小さい（0.02 % 以下）．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

強熱減量〈*2.43*〉　45.0 ～ 52.0 %（1 g，105 ℃ で 2 時間乾燥後，450 ℃ で 3 時間強熱）．

定 量 法　本品を 105 ℃ で 2 時間乾燥後，450 ℃ で 3 時間強熱し，その約 0.6 g を精密に量り，希塩酸 2 mL 及び水を加えて溶かし，正確に 100 mL とする．この液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 6.018 mg $MgSO_4$

貯　法　容　　器　密閉容器．

硫酸マグネシウム水

Magnesium Sulfate Mixture

本品は定量するとき，硫酸マグネシウム水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47）13.5 ～ 16.5 w/v% を含む．

製　法

硫酸マグネシウム水和物	150　g
苦味チンキ	20 mL
希塩酸	5 mL
精製水	適 量
全　　量	1000 mL

以上をとり，用時製する．

性　状　本品は淡黄色澄明の液で，酸味と苦味がある．

確認試験

（1）　本品はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

定 量 法　本品 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

= 12.32 mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯　法　容　　器　気密容器．

硫酸マグネシウム注射液

Magnesium Sulfate Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 95 ～ 105 % に対応する硫酸マグネシウム七水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$：246.47）を含む．

製　法　本品は「硫酸マグネシウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の表示量に従い「硫酸マグネシウム水和物」0.5 g に対応する容量をとり，水を加えて 20 mL とした液はマグネシウム塩及び硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉　5.5 ～ 7.0．ただし，表示濃度が 5 % を超えると

きは，水を用いて 5 % 溶液とし，この液につき，試験を行う．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.09 EU/mg 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品の硫酸マグネシウム七水和物（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）約 0.3 g に対応する容量を正確に量り，水を加えて 75 mL とし，pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，以下「硫酸マグネシウム水和物」の定量法を準用する．

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 12.32 mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

リンゲル液

Ringer's Solution

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩素〔(Cl：35.45) として〕0.53 ～ 0.58 w/v% 及び塩化カルシウム水和物（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$：147.01）0.030 ～ 0.036 w/v% を含む．

製 法

塩化ナトリウム	8.6 g
塩化カリウム	0.3 g
塩化カルシウム水和物	0.33 g
注射用水	適 量
全 量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性 状 本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験

（1） 本品 10 mL を濃縮して 5 mL とした液は，カリウム塩及びカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2） 本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 5.0 ～ 7.5

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉 本品 100 mL を水浴上で濃縮して約 40 mL とし，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.3 ppm 以下）．

（2） ヒ素〈*1.11*〉 本品 20 mL をとり，これを検液とし，試験を行う（0.1 ppm 以下）．

エンドトキシン〈*4.01*〉 0.50 EU/mL 未満．

採取容量〈*6.05*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法

（1） 塩素 本品 20 mL を正確に量り，水 30 mL を加え，強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴）．

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.545 mg Cl

（2） 塩化カルシウム水和物 本品 50 mL を正確に量り，8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL 及び NN 指示薬 0.05 g を加え，直ちに 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする．

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 1.470 mg $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

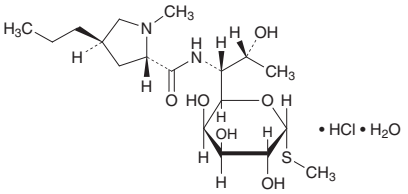
貯 法 容 器 密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

リンコマイシン塩酸塩水和物

Lincomycin Hydrochloride Hydrate

塩酸リンコマイシン

リンコマイシン塩酸塩



$C_{18}H_{34}N_2O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$：461.01

Methyl 6,8-dideoxy-6-[(2*S*,4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-D-*erythro*-α-D-*galacto*-octopyranoside monohydrochloride monohydrate

［*7179-49-9*］

本品は，*Streptomyces lincolnensis* var. *lincolnensis* の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 825 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，リンコマイシン（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$：406.54）としての量を質量（力価）で示す．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉のペースト法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリンコマイシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品の水溶液（1 → 100）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋135 ～ ＋150°（0.5 g，水，25 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉 本品 0.10 g を水 1 mL に溶かした液の pH は 3.0 ～ 5.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 2.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える（5 ppm 以下）．

（3） リンコマイシン B 定量法の試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，リンコマイシンのピーク面積及びリンコマイシンに対する相対保持時間が約 0.5 のリンコマイシン B のピーク面積を自動積分法により測定するとき，リンコマイシン B のピーク面積は，リンコマイシン及びリンコマイシン B の合計面積の 5.0 % 以下である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たリンコマイシンのピーク面積が試料溶液のリンコマイシンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

水 分〈2.48〉 3.0 ～ 6.0 %（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品及びリンコマイシン塩酸塩標準品約 10 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のリンコマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

リンコマイシン（$C_{18}H_{34}N_2O_6S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：リンコマイシン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：46 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸 13.5 mL に水 1000 mL を加え，アンモニア試液を加えて pH を 6.0 に調整する．この液 780 mL にアセトニトリル 150 mL 及びメタノール 150 mL を加える．

流量：リンコマイシンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，リンコマイシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リンコマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

無水リン酸水素カルシウム

Anhydrous Dibasic Calcium Phosphate

無水第二リン酸カルシウム

$CaHPO_4$：136.06

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素カルシウム（$CaHPO_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5.0 g に水 40 mL 及び塩酸 10 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である（0.05 % 以下）．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g に水 20 mL 及び希硝酸 13 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.248 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.80 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて加温して溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．ろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.200 % 以下）．

（4） 炭酸塩 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ，直ちに塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） バリウム 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて加熱し，

かき混ぜながら塩酸 1 mL を滴加して溶かし，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 1.0 % 以下（1 g，200 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 12 mL に溶かし，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.721 mg $CaHPO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

リン酸水素カルシウム水和物

Dibasic Calcium Phosphate Hydrate
第二リン酸カルシウム
リン酸水素カルシウム

$CaHPO_4 \cdot 2H_2O$：172.09

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素カルシウム（$CaHPO_4$：136.06）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 酸不溶物 本品 5.0 g に水 40 mL 及び塩酸 10 mL を加え，5 分間煮沸し，冷後，不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙とともに強熱して灰化するとき，その量は 2.5 mg 以下である（0.05 % 以下）．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g に水 20 mL 及び希硝酸 13 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える（0.248 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 1.0 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて加温して溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．ろ液 30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする．この液を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.160 % 以下）．

（4） 炭酸塩 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ，直ちに塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） バリウム 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて加熱し，かき混ぜながら塩酸 1 mL を滴加して溶かし，必要ならばろ過し，硫酸カリウム試液 2 mL を加え，10 分間放置するとき，液は混濁しない．

（7） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈2.41〉 19.5 ～ 22.0 %（1 g，200 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 12 mL に溶かし，水を加えて正確に 200 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈2.50〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 2.721 mg $CaHPO_4$

貯 法 容 器 密閉容器．

リン酸水素ナトリウム水和物

Dibasic Sodium Phosphate Hydrate
リン酸水素ナトリウム
リン酸ナトリウム

$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$：358.14

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸水素ナトリウム（Na_2HPO_4：141.96）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は無色又は白色の結晶で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は温乾燥空気中で風解する．

確認試験 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈1.09〉の（1）及び（2）並びにリン酸塩の定性反応

〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 9.0 ～ 9.4 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に希硝酸 7 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.5 g に希塩酸 2 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）．

（4） 炭酸塩 本品 2.0 g に水 5 mL を加え煮沸し，冷後，塩酸 2 mL を加えるとき，液は泡立たない．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g に酢酸（31）4 mL 及び水を加えて溶かし，50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 57.0 ～ 61.0 %（10 g，初め 40 ℃ で 3 時間，次に 105 ℃ で 5 時間乾燥する）．

定量法 本品を乾燥し，その約 3 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，15 ℃ に保ち，0.5 mol/L 硫酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：メチルオレンジ・キシレンシアノール FF 試液 3 ～ 4 滴）．ただし，滴定の終点は液の色が緑色から暗い緑みの赤紫色に変わるときとする．

0.5 mol/L 硫酸 1 mL ＝ 142.0 mg Na_2HPO_4

貯法 容器 気密容器．

リン酸二水素カルシウム水和物

Monobasic Calcium Phosphate Hydrate

第一リン酸カルシウム

リン酸二水素カルシウム

$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$：252.07

本品を乾燥したものは定量するとき，リン酸二水素カルシウム水和物〔$Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$〕90.0 % 以上を含む．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，酸味がある．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける．

本品はやや潮解性である．

確認試験

（1） 本品 0.1 g に薄めた塩酸（1 → 6）10 mL を加え，加温して溶かし，アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し，シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

（2） 本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし，70 ℃ で 1 ～ 2 分間加温し，七モリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき，黄色の沈殿を生じる．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g に水 19 mL 及び薄めた塩酸（3 → 4）2 mL を加え，水浴中で時々振り混ぜ 5 分間加熱するとき，液は無色澄明である．

（2） リン酸水素塩及び酸 本品 1.0 g に水 3 mL を加えてすり混ぜ，更に水 100 mL を加え，メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき，液は赤色を呈する．更に 1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき，液は黄色に変わる．

（3） 塩化物〈*1.03*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希硝酸 12 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.018 % 以下）．

（4） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とし，必要ならばろ過する．この液 50 mL を検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）．

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後，少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし，pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする（31 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 3.0 % 以下（1 g，シリカゲル，24 時間）．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，希塩酸 3 mL に溶かし，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 20 mL を正確に量り，これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え，水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg）．同様の方法で空試験を行う．

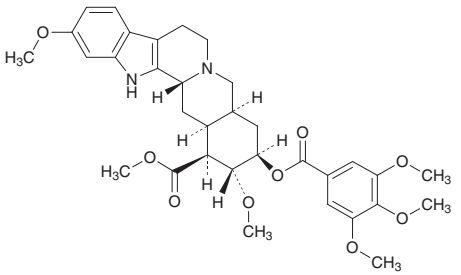
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝ 5.041 mg $Ca(H_2PO_4)_2 \cdot H_2O$

貯法 容器 気密容器．

レセルピン

Reserpine



$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68

Methyl (3*S*,16*S*,17*R*,18*R*,20*R*)-11,17-dimethoxy-18-(3,4,5-trimethoxybenzoyloxy)yohimban-16-carboxylate

[*50-55-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）96.0 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸（100）又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくく，エタノール（95）に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって変化する．

確認試験

（1）　本品 1 mg にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えて加温するとき，液はあざやかな赤紫色を呈する．

（2）　本品のアセトニトリル溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレセルピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：－114 ～ －127°（乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，100 mm）．

純度試験　類縁物質　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 50 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 3 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のレセルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のレセルピンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（13：7）

流量：レセルピンの保持時間が約 20 分になるように調整する．

面積測定範囲：レセルピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とする．この液 10 μL から得たレセルピンのピーク面積が，標準溶液のレセルピンのピーク面積の 3 ～ 5 % になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 4 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす．この液 5 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする．この液 20 μL につき，定量法の試験条件で操作するとき，レセルピン，パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，レセルピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（0.2 g，減圧，60 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（0.2 g）．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品及びレセルピン標準品を乾燥し，その約 10 mg ずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL ずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 5 mL を加えた後，水を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液（11：9）

流量：レセルピンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，レセルピン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

レセルピン散 0.1%

0.1%　Reserpine Powder

レセルピン散

本品は定量するとき，レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）0.09 ～ 0.11 % を含む．

製　法

レセルピン	1 g
乳糖水和物	適 量
全　　量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品 0.4 g をとり，アセトニトリル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm 及び 294 ～ 298 nm に吸収の極大を示す．

定 量 法　本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 12 mL を加えて分散し，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 10 mL を加え，50 ℃ で 15 分間加温して溶かした後，更に水を加えて 50 mL とし，試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　密閉容器．

レセルピン錠

Reserpine Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）を含む．

製　法　本品は「レセルピン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，表示量に従い「レセルピン」0.4 mg に対応する量をとり，アセトニトリル 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，遠心分離し，この上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm 及び 294 ～ 298 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 1 個をとり，水 2 mL を加え，振り混ぜながら 50 ℃ で 15 分間加温して崩壊させる．冷後，本品の表示量に従いレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）0.1 mg 当たり内標準溶液 2 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 2 mL を加え，50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温し，冷後，水を加えて 10 mL とする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (C / 10)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

C：1 錠中のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

溶 出 性〈*6.10*〉　次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）500 mL を用い，パドル法により毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，表示量の 100 倍量を精密に量り，クロロホルム 1 mL 及びエタノール（95）80 mL を加えて溶かし，ポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）を加えて正確に 200 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，ポリソルベート 80 の薄めた希酢酸（1 → 200）溶液（1 → 20000）を加えて正確に 250 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り，褐色の共栓試験管 T 及び S に入れ，エタノール（99.5）5 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後，薄めた酸化バナジウム（V）試液（1 → 2）1 mL ずつを正確に加え，激しく振り混ぜ，30 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈*2.22*〉により試験を行い，励起の波長 400 nm，蛍光の波長 500 nm における蛍光の強さ F_T 及び F_S を測定するとき，本品の 30 分間の溶出率は 70 % 以上である．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量に対する溶出率（%）
$= W_S \times (F_T / F_S) \times (1 / C)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の表示量（mg）

定 量 法 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う．本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 0.5 mg に対応する量を精密に量り，水 3 mL を加え，50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温する．冷後，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次いでアセトニトリル 10 mL を加え，更に 50 ℃ で 15 分間振り混ぜながら加温する．冷後，水を加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，その上澄液を試料溶液とする．別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，次にアセトニトリル 5 mL を加え，更に水を加えて 50 mL とし，標準溶液とする．以下「レセルピン」の定量法を準用する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）
$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 20)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液（1 → 50000）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密閉容器．

レセルピン注射液
Reserpine Injection

本品は水性の注射剤である．
本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$：608.68）を含む．

製　法 本品は「レセルピン」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状 本品は無色～微黄色澄明の液である．
pH：2.5 ～ 4.0

確認試験 本品の表示量に従い「レセルピン」1.5 mg に対応する容量をとり，ジエチルエーテル 10 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，水層をとる．必要ならば更にジエチルエーテル 10 mL を加え，10 分間振り混ぜる操作を繰り返す．水層に水を加えて 50 mL とする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 265 ～ 269 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈6.05〉 試験を行うとき，適合する．

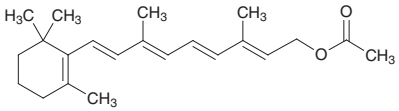
定 量 法 本品のレセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）約 4 mg に対応する容量を正確に量り，別にレセルピン標準品を 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥し，その約 4 mg を精密に量り，それぞれを分液漏斗に入れ，水 10 mL 及びアンモニア試液 5 mL を加え，クロロホルム 20 mL で 1 回，次に 10 mL ずつで 3 回，それぞれ激しく振り混ぜて抽出し，全抽出液を合わせる．このクロロホルム抽出液を薄めた塩酸（1 → 1000）50 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせる．次に炭酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）50 mL ずつで 2 回洗い，洗液を合わせる．それぞれ合わせた洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し，各クロロホルム抽出液は初めのクロロホルム抽出液に合わせ，クロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いて 100 mL のメスフラスコ中にろ過し，クロロホルム少量で洗い，クロロホルムを加えて 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

レセルピン（$C_{33}H_{40}N_2O_9$）の量（mg）$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：レセルピン標準品の秤取量（mg）

貯　法
保存条件　遮光して保存する．
容　　器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

レチノール酢酸エステル
Retinol Acetate
酢酸レチノール
ビタミン A 酢酸エステル



$C_{22}H_{32}O_2$：328.49
(2*E*,4*E*,6*E*,8*E*)-3,7-Dimethyl-9-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)nona-2,4,6,8-tetraen-1-yl acetate ［*127-47-9*］

本品は合成レチノール酢酸エステル又は合成レチノール酢酸エステルに植物油を加えたものである．
本品は 1 g につきビタミン A 250 万単位以上を含む．
本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．
本品は定量するとき，表示単位の 95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状 本品は微黄色～黄赤色の結晶又は軟膏よう物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．
本品は石油エーテルに溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．
本品は空気又は光によって分解する．

確認試験 本品及びレチノール酢酸エステル標準品 15000 単位ずつに対応する量を量り，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化ア

ンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1） 酸価〈*1.13*〉 2.0 以下．ただし，本品 5.0 g を正確に量り，試験を行う．

（2） 過酸化物　本品約 5 g を精密に量り，250 mL の共栓付三角フラスコ中で酢酸（100）/イソオクタン混液（3：2）50 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約 600 mL を穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液 0.1 mL を加え，直ちに密栓し，1 分間連続して円を描くように振り混ぜる．水 30 mL を加えて密栓した後，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜる．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液 0.5 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10 meq/kg 以下である．

過酸化物の量（meq/kg）＝（V / W）× 10

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
W：本品の秤取量（g）

定 量 法　ビタミン A 定量法〈*2.55*〉の第 1 法−1 により試験を行う．

貯　法

保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

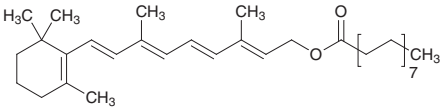
容　　器　気密容器．

レチノールパルミチン酸エステル

Retinol Palmitate

パルミチン酸レチノール

ビタミン A パルミチン酸エステル



$C_{36}H_{60}O_2$：524.86

(2*E*, 4*E*, 6*E*, 8*E*)−3, 7−Dimethyl−9−(2, 6, 6−trimethylcyclohex−1−en−1−yl)nona−2, 4, 6, 8−tetraen−1−yl palmitate ［*79−81−2*］

本品は合成レチノールパルミチン酸エステル又は合成レチノールパルミチン酸エステルに植物油を加えたもので，1 g につきビタミン A 150 万単位以上を含む．本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

本品は定量するとき，表示単位の 95.0 ～ 105.0 % を含む．

性　状　本品は淡黄色～黄赤色の固体油脂状又は油状の物質で，敗油性でないわずかに特異なにおいがある．

本品は石油エーテルに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は空気又は光によって分解する．

確認試験　本品及びレチノールパルミチン酸エステル標準品のそれぞれ 15000 単位に相当する量をとり，それぞれを石油エーテル 5 mL に溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にシクロヘキサン/ジエチルエーテル混液（12：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに塩化アンチモン（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポットは，標準溶液から得た青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい．

純度試験

（1）酸価〈*1.13*〉 2.0 以下．ただし，本品 5.0 g を正確に量り，試験を行う．

（2） 過酸化物　本品約 5 g を精密に量り，250 mL の共栓付三角フラスコ中で酢酸（100）/イソオクタン混液（3：2）50 mL を加え，静かに振り混ぜて溶かす．この液に窒素約 600 mL を穏やかに通気し，フラスコ内の空気を置換する．更に窒素を通気しながら，飽和ヨウ化カリウム試液 0.1 mL を加え，直ちに密栓し，1 分間連続して円を描くように振り混ぜる．水 30 mL を加えて密栓した後，5 ～ 10 秒間激しく振り混ぜる．この液につき，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液を用いて滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液が終点近くで微黄色になったとき，デンプン試液 0.5 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする．次式により過酸化物の量を求めるとき，10 meq/kg 以下である．

過酸化物の量（meq/kg）＝（V / W）× 10

V：0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量（mL）
W：本品の秤取量（g）

定 量 法　ビタミン A 定量法〈*2.55*〉の第 1 法−1 により試験を行う．

貯　法

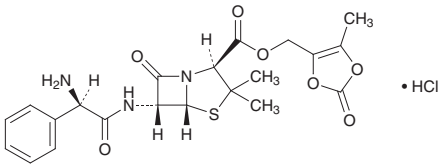
保存条件　遮光した容器にほとんど全満するか，又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する．

容　　器　気密容器．

レナンピシリン塩酸塩

Lenampicillin Hydrochloride

塩酸レナンピシリン



$C_{21}H_{23}N_3O_7S$・HCl：497.95

5-Methyl-2-oxo[1,3]dioxol-4-ylmethyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride [*80734-02-7*]

本品はアンピシリンのメチルオキソジオキソレニルメチルエステルの塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 653 ～ 709 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$：349.40）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール（95）に極めて溶けやすく，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすい．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレナンピシリン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の水溶液（1 → 100）1 mL に希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋174 ～ ＋194°（脱水及び脱残留溶媒物に換算したもの 0.2 g，エタノール（95），20 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（3）　遊離アンピシリン　本品約 0.1 g を精密に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，試料溶液調製後直ちに，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める．次式によりアンピシリンの量を求めるとき，1.0 % 以下である．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量（%）

$= (W_S / W_T) \times (Q_T / Q_S) \times 2$

W_S：アンピシリン標準品の秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（mg）

内標準溶液　無水カフェインの移動相溶液（1 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.22 g をとり，水に溶かして 900 mL とし，これにアセトニトリル 100 mL を加える．

流量：アンピシリンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，アンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対するアンピシリンのピーク高さの比の相対標準偏差は 5 % 以下である．

（4）　ペニシロ酸　本品約 0.1 g を精密に量り，水に溶かして正確に 100 mL とし，試料溶液とする．試料溶液 10 mL を正確に量り，pH 4.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及び 0.005 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に加え，遮光して正確に 15 分間放置した後，0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 1 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸（$C_{16}H_{21}N_3O_5S$：367.42）の量は 3.0 % 以下である．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 0.45 mg $C_{16}H_{21}N_3O_5S$

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約 0.25 g を精密に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 5 mL とし，試料溶液とする．別に 2-プロパノール約 80 mg 及び酢酸エチル約 0.12 g を精密に量り，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする．この液 1 mL 及び 3 mL を正確に量り，それぞれに内標準溶液 1 mL を正確に加え，*N*,*N*-ジメチルホルムアミドを加えて 5 mL とし，標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする．試料溶液，標準溶液（1）及び標準溶液（2）4 μL につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb}，標準溶液（1）の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Sa1} 及び Q_{Sb1} 並びに標準溶液（2）の内標準物質のピーク高さに対する 2-プロパノール及び酢酸エチルのピーク高さの比 Q_{Sa2} 及び Q_{Sb2} を求める．次式により 2-プロパノ

ールの量及び酢酸エチルの量を求めるとき，それぞれ 0.7 % 以下及び 1.7 % 以下である．

2-プロパノールの量（%）

$= (W_{Sa} / W_T) \times \{(2Q_{Ta} - 3Q_{Sa1} + Q_{Sa2}) / (Q_{Sa2} - Q_{Sa1})\}$

酢酸エチルの量（%）

$= (W_{Sb} / W_T) \times \{(2Q_{Tb} - 3Q_{Sb1} + Q_{Sb2}) / (Q_{Sb2} - Q_{Sb1})\}$

W_{Sa}：2-プロパノールの秤取量（g）

W_{Sb}：酢酸エチルの秤取量（g）

W_T：本品の秤取量（g）

内標準溶液　シクロヘキサンの *N*,*N*-ジメチルホルムアミド溶液（1 → 1000）

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 3 m の管にガスクロマトグラフィー用テトラキスヒドロキシプロピルエチレンジアミンを 180 ～ 250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 10 ～ 15 % の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：80 ℃ 付近の一定温度

注入口温度：160 ℃ 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 1 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液（2）4 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，酢酸エチル，2-プロパノールの順に流出し，内標準物質と酢酸エチルの分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液（2）4 μL につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，内標準物質のピーク高さに対する酢酸エチルのピーク高さの比の相対標準偏差は 5.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　1.5 % 以下（1 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びレナンピシリン塩酸塩標準品約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アンピシリン（$C_{16}H_{19}N_3O_4S$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1000$

W_S：レナンピシリン塩酸塩標準品の秤取量［mg(力価)］

内標準溶液　アミノ安息香酸エチルの移動相溶液（1 → 4000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 9.53 g を水に溶かして正確に 700 mL とした液に，アセトニトリルを加えて正確に 1000 mL とする．

流量：レナンピシリンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，レナンピシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

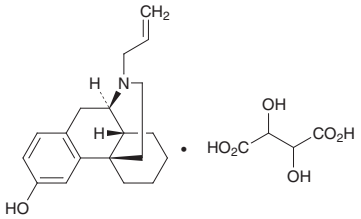
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレナンピシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

レバロルファン酒石酸塩

Levallorphan Tartrate

酒石酸レバロルファン



$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49

17-Allylmorphinan-3-ol monotartrate　［*71-82-9*］

本品を乾燥したものは定量するとき，レバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）98.5 % 以上を含む．

性　状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は水又は酢酸（100）にやや溶けやすく，エタノール（95）にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の水溶液（1 → 30）は酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－37.0 ～ －39.2°（乾燥後，0.2 g，水，10 mL，100 mm）．

pH〈*2.54*〉　本品 0.2 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.3 ～ 3.8 である．

融　点〈*2.60*〉　174 ～ 178 ℃

純度試験

（1）　溶状　本品 0.2 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3）　類縁物質　本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール/アンモニア試液混液（200：3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），80 ℃，4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，酢酸（100）30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 43.35 mg $C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$

貯 法 容　器　密閉容器．

レバロルファン酒石酸塩注射液

Levallorphan Tartrate Injection

酒石酸レバロルファン注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の 93 ～ 107 % に対応するレバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$：433.49）を含む．

製　法　本品は「レバロルファン酒石酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性　状　本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 4.5

確認試験　本品の表示量に従い「レバロルファン酒石酸塩」3 mg に対応する容量を正確に量り，水 5 mL 及び希塩酸 2 滴を加え，ジエチルエーテル 15 mL ずつで 5 回激しく振り混ぜて洗う．水層をとり，水浴上で加温して残存するジエチルエーテルを蒸発し，冷後，0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 277 ～ 281 nm に吸収の極大を示す．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

定 量 法　本品のレバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）約 2 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，試料溶液とする．別に定量用酒石酸レバロルファンを 80 ℃ で 4 時間減圧乾燥（酸化リン（V））し，その約 0.1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

レバロルファン酒石酸塩（$C_{19}H_{25}NO \cdot C_4H_6O_6$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 50)$

W_S：定量用酒石酸レバロルファンの秤取量（mg）

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソブチル 0.04 g をエタノール（95）10 mL に溶かし，水を加えて 100 mL とする．この液 10 mL に水を加えて 100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を滴加して pH を 3.0 に調整する．この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加える．

流量：レバロルファンの保持時間が約 12 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，レバロルファンの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

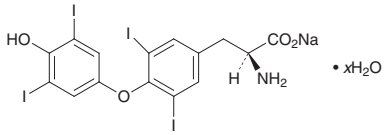
システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容　器　密封容器．

レボチロキシンナトリウム水和物

Levothyroxine Sodium Hydrate

レボチロキシンナトリウム



$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4 \cdot xH_2O$

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3,5-diiodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate hydrate ［*25416-65-3*］

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，レボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85）97.0 % 以上を含む．

性　状　本品は微黄白色～淡黄褐色の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.1 g を直火で加熱するとき，紫色のガスを発生する．

（2） 本品 0.5 mg に水/エタノール（95）/塩酸/水酸化ナトリウム試液混液（6：5：2：2）8 mL を加え，水浴中で 2 分間加温した後，冷却し，亜硝酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え，暗所に 20 分間放置する．この液にアンモニア水（28）1.5 mL を加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（3） 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品を硫酸で湿らせ灰化して得られる残留物は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉の（1）及び（2）を呈する．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：−5 ～ −6°〔乾燥物に換算したもの 0.3 g，エタノール（95）/水酸化ナトリウム試液混液（2：1），10 mL，100 mm〕．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.3 g をエタノール（95）/水酸化ナトリウム試液混液（2：1）10 mL に加温して溶かすとき，液は微黄色～微黄褐色澄明である．

（2） 可溶性ハロゲン化物 本品 0.01 g に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，5 分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水を加えて 10 mL とし，硝酸銀試液 3 滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え，以下同様に操作する．

（3） 類縁物質 本品 20 mg をエタノール（95）/アンモニア水（28）混液（14：1）2 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）/アンモニア水（28）混液（14：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*−ブチルアルコール/*t*−アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2−ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1−ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外の赤紫色のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 7 ～ 11 %（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60 ℃，4 時間）．

定 量 法 本品約 25 mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液（1 → 100）10 mL 及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液（1 → 100）1 mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により検液を調製する．装置の A の上部に少量の水を入れ，注意して C をとり，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．この液に臭素・酢酸試液 1 mL を加え，栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜる．水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込み，ギ酸 0.5 mL を加え再び栓 C を施し，1 分間激しく振り混ぜ，水 40 mL で C，B 及び A の内壁を洗い込む．A に窒素を十分に吹き込み，酸素と過量の臭素を追いだし，ヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし，直ちに希硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ，2 分間放置した後，0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 0.6657 mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

レボチロキシンナトリウム錠

Levothyroxine Sodium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ～ 110 % に対応するレボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$：798.85）を含む．

製 法 本品は「レボチロキシンナトリウム水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」0.5 mg に対応する量をとり，水/エタノール（95）/塩酸/水酸化ナトリウム試液混液（6：5：2：2）8 mL を加え，水浴中で 2 分間加温し，冷後，ろ過する．ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え，暗所に 20 分間放置する．この液にアンモニア水（28）1.5 mL を加えるとき，液は帯黄赤色を呈する．

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」1 mg に対応する量をとり，エタノール（95）10 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過し，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用レボチロキシンナトリウム 0.01 g をエタノール（95）100 mL に溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に *t*−ブチルアルコール/*t*−アミルアルコール/水/アンモニア水（28）/2−ブタノン混液（59：32：17：15：7）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン 0.3 g を 1−ブタノール/酢酸（100）混液（97：3）100 mL に溶かした液を均等に噴霧し，100 ℃ で 3 分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは，赤紫色を呈し，それらの R_f 値は等しい．

純度試験 可溶性ハロゲン化物 本品を粉末とし，表示量に従い「レボチロキシンナトリウム水和物」2.5 mg に対応する量をとり，水 25 mL を加えて 40 ℃ に加温した後，5 分間振り混ぜ，希硝酸 3 滴を加え，ろ過する．ろ液に硝酸銀試液 3 滴を加え，混和するとき，液の混濁は次の比較液よ

り濃くない．

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水 25 mL 及び希硝酸 3 滴を加え，以下同様に操作する．

製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え，50 ℃ で 15 分間加温した後，20 分間激しく振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，試料溶液とする．試料溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するレボチロキシンナトリウムのピーク面積の比を求める．試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき，その値と個々のピーク面積の比との偏差（%）が 15 % 以内のときは適合とする．また，偏差（%）が 15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個のときは，新たに試料 20 個をとって試験を行う．2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差（%）を計算するとき，15 % を超え，25 % 以内のものが 1 個以下で，かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする．

内標準溶液 エチニルエストラジオールのアセトニトリル/薄めたリン酸（1 → 10）混液（9：1）溶液（3 → 40000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 ～ 230 nm の一定波長）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ 10 ～ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/リン酸混液（1340：660：1）

流量：レボチロキシンナトリウムの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：レボチロキシンナトリウムの 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 → 200000）5 mL に内標準溶液 1 mL を加える．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，レボチロキシンナトリウム，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 2.0 以上のものを用いる．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．レボチロキシンナトリウム（$C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$）約 3 mg に対応する量を精密に量り，るつぼに入れ，秤取量の 2 倍量の炭酸カリウムを加えてよく混ぜる．ただし，秤取量が 4 g 以下の場合は炭酸カリウム 8 g を加えてよく混ぜる．次にるつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし，その上部に更に炭酸カリウム 10 g を加え，再びたたいて密にする．これを 675 ～ 700 ℃ で 25 分間強熱し，冷後，水 30 mL を加え，穏やかに煮沸した後，フラスコにろ過する．残留物に水 30 mL を加えて煮沸し，前のフラスコにろ過し，次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が 300 mL となるまで熱湯で洗い込む．この液に新たに製した臭素試液 7 mL 及び薄めたリン酸（1 → 2）を炭酸カリウム 1 g につき 3.5 mL の割合で徐々に加えた後，発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し，フラスコの内壁を水で洗い，更に 5 分間煮沸を続ける．煮沸時には，しばしば水を補い，液量が少なくとも 250 mL に保つようにする．冷後，フェノール溶液（1 → 20）5 mL を加え，再びフラスコの内壁を水で洗い込み，5 分間放置した後，これに薄めたリン酸（1 → 2）2 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え，直ちに遊離したヨウ素を 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3 mL）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
　= 0.3329 mg $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$

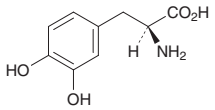
貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．

レボドパ

Levodopa



$C_9H_{11}NO_4$：197.19

3-Hydroxy-L-tyrosine ［59-92-7］

本品を乾燥したものは定量するとき，レボドパ（$C_9H_{11}NO_4$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない．

本品はギ酸に溶けやすく，水に溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ～ 6.5 である．

融点：約 275 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 1000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え，水浴中で 3 分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2） 本品の水溶液（1 → 5000）2 mL に 4-アミノアンチピリン試液 10 mL を加えて振り混ぜるとき，液は赤色を呈する．

（3） 本品 3 mg を 0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし，100 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（280 nm）：136 ～ 146（乾燥後，30 mg，0.001 mol/L 塩酸試液，1000 mL）．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]^{20}_{D}$：－11.5 ～ －13.0°（乾燥後，2.5 g，1 mol/L 塩酸試液，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g を希硝酸 6 mL に溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品 0.40 g に希塩酸 1 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.25 mL を加える（0.030 % 以下）．

（4） 重金属〈*1.07*〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（5） ヒ素〈*1.11*〉 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし，これを検液とし，試験を行う（2 ppm 以下）．

（6） 類縁物質 本品 0.10 g を二亜硫酸ナトリウム試液 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に 25 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）/メタノール混液（10：5：5：1）を展開溶媒として，約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，90 ℃ で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）80 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 19.72 mg $C_9H_{11}NO_4$

貯 法

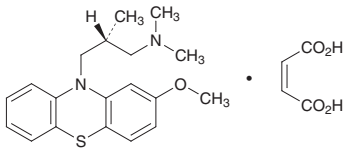
保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

レボメプロマジンマレイン酸塩

Levomepromazine Maleate

マレイン酸レボメプロマジン



$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$：444.54

(2*R*)-3-(2-Methoxy-10*H*-phenothiazin-10-yl)-*N*,*N*,2-trimethylpropylamine monomaleate

［*7104-38-3*］

本品を乾燥したものは定量するとき，レボメプロマジンマレイン酸塩（$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$）98.0 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い．

本品は酢酸（100）に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：184 ～ 190 ℃（分解）．

確認試験

（1） 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき，液は赤紫色を呈し，徐々に濃赤紫色となる．この液に二クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき，液は帯褐黄赤色を呈する．

（2） 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層をとり，水 10 mL ずつで 2 回洗い，無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えた後，ろ過し，水浴上でジエチルエーテルを蒸発し，105 ℃ で 2 時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は 124 ～ 128 ℃ である．

（3） 本品 0.5 g に水 5 mL 及びアンモニア水（28）2 mL を加え，クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出し，水層を分取し，蒸発乾固した後，残留物に希硫酸 2 ～ 3 滴及び水 5 mL を加え，ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，約 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点〈*2.60*〉は 128 ～ 136 ℃ である．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：－13.5 ～ －16.5°（乾燥後，0.5 g，クロロホルム，20 mL，200 mm）．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉 本品 0.5 g をメタノール 40 mL に溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にメタノール 40 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.028 % 以下）．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5 % 以下（2 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）.

定 量 法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，酢酸（100）40 mL 及び非水滴定用アセトン 20 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（指示薬：ブロモクレゾールグリン・クリスタルバイオレット試液 5 滴）．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 44.45 mg $C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$

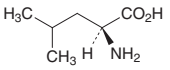
貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

L-ロイシン

L-Leucine



$C_6H_{13}NO_2$：131.17

(2*S*)-2-Amino-4-methylpentanoic acid ［*61-90-5*］

本品を乾燥したものは定量するとき，L-ロイシン（$C_6H_{13}NO_2$）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか，又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに苦い．

本品はギ酸に溶けやすく，水にやや溶けにくく，エタノール（95）にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$：+14.5 ～ +16.0°（乾 燥 後，1 g，6 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm）．

pH〈2.54〉 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5～6.5 である．

純度試験

（1） 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈1.03〉 本品 0.5 g に水 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）．

（3） 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.6 g に水 40 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし，水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）．

（4） アンモニウム〈1.02〉 本品 0.25 g をとり，試験を行う．比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）．

（5） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 4 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（6） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（7） 類縁物質 本品 0.10 g をとり，水を加え，加温して溶かし，冷後，水を加えて 25 mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する．これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 → 50）を均等に噴霧した後，80 ℃ で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.30 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.13 g を精密に量り，ギ酸 3 mL に溶かし，酢酸（100）50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

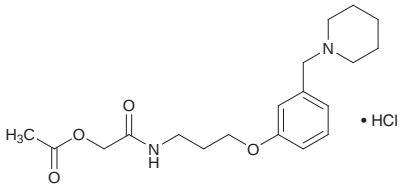
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 13.12 mg $C_6H_{13}NO_2$

貯 法 容 器 密閉容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩

Roxatidine Acetate Hydrochloride

塩酸ロキサチジンアセタート



$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$：384.90

(3-{3-［(Piperidin-1-yl)methyl］phenoxy}propylcarbamoyl)methyl acetate monohydrochloride ［*93793-83-0*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$）99.0 ～ 101.0 % を含む．

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸（100）に溶けやすく，エタノール（99.5）にやや溶けにくい．

確認試験

（1） 本品のエタノール（99.5）溶液（1 → 10000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 50）は塩化物の定性反応（2）〈*1.09*〉を呈する．

pH〈*2.54*〉 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 6.0 である．

融　点〈*2.60*〉 147 ～ 151 ℃（乾燥後）．

純度試験

（1） 溶状　本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 50 mg をエタノール（99.5）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピーク面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 1/5 より大きくない．また，試料溶液のロキサチジン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/エタノール（99.5）/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（384：16：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキサチジン酢酸エステルの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り，エタノール（99.5）を加えて正確に 10 mL とする．この液 10 μL から得たロキサチジン酢酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：塩酸ロキサチジンアセタート 50 mg 及び安息香酸 10 mg をエタノール（99.5）25 mL に溶かす．この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 0.3 % 以下（1 g，減圧，酸化リン（V），4 時間）．

強熱残分〈*2.44*〉 0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，酢酸（100）5 mL に溶かし，無水酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で適定〈*2.50*〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL ＝ 38.49 mg $C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl

貯　法　容　　器　気密容器．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩徐放カプセル

Roxatidine Acetate Hydrochloride Extended-release Capsules

塩酸ロキサチジンアセタート徐放カプセル

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0 % に対応するロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl：384.90）を含む．

製　法　本品は「ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得たろ液 1 mL に，エタノール（99.5）を加えて 20 mL とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 275 ～ 278 nm 及び 282 ～ 285 nm に吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，内容物を取り出し，表示量に従い 1 mL 中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 2.5 mg を含む液となるようにエタノール（99.5）V mL を正確に加え，超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，孔径 1.0 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 20)$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）

溶 出 性〈*6.10*〉 次の方法により試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法（ただし，シンカーを用いる）により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，37.5 mg カプセルは 45 分後，90 分後及び 8 時間後，75 mg カプセルは 60 分後，90 分後及び 8 時間後にそれぞれ溶出液 20 mL を正確にとり，

直ちに 37±0.5 ℃ に加温した水 20 mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 42 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 21 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のロキサチジン酢酸エステルのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定するとき，本品の 37.5 mg カプセルの 45 分間，90 分間及び 8 時間の溶出率はそれぞれ 10 ～ 40 %，35 ～ 65 % 及び 70 % 以上であり，75 mg カプセルの 60 分間，90 分間及び 8 時間の溶出率はそれぞれ 20 ～ 50 %，35 ～ 65 % 及び 70 % 以上である．

n 回目の溶出液採取時におけるロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）（$n = 1, 2, 3$）

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

C：1 カプセル中のロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（340：60：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキサチジン酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

定 量 法 本品 20 個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）約 75 mg に対応する量を精密に量り，エタノール（99.5）30 mL を正確に加えて振り混ぜた後，孔径 1.0 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする．別にロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，エタノール（99.5）に溶かし正確に 20 mL とする．この液 8 mL を正確に量り，内標準溶液 2 mL を正確に加えて混和し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩（$C_{19}H_{28}N_2O_4$・HCl）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (3 / 2)$$

W_S：ロキサチジン酢酸エステル塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液　安息香酸のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/エタノール（99.5）/トリエチルアミン/酢酸（100）混液（384：16：2：1）

流量：ロキサチジン酢酸エステルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

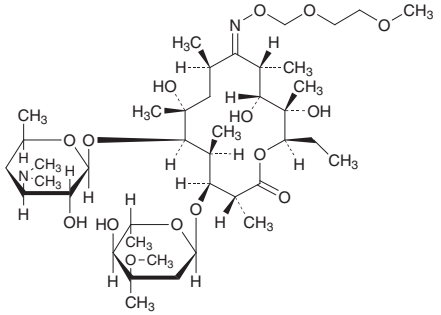
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ロキサチジン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキサチジン酢酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ロキシスロマイシン

Roxithromycin



$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$：837.05

(2*R*, 3*S*, 4*S*, 5*R*, 6*R*, 8*R*, 10*R*, 11*R*, 12*S*, 13*R*)-5-(3, 4, 6-Trideoxy-3-dimethylamino-*β*-D-*xylo*-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-methyl-*α*-L-*ribo*-hexopyranosyloxy)-6, 11, 12-trihydroxy-9-(2-methoxyethoxy)methoxyimino-2, 4, 6, 8, 10, 12-hexamethylpentadecan-13-olide　［*80214-83-1*］

本品は，エリスロマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 970 μg（力価）以上を含む．ただし，本品の力価は，ロキシスロマイシン（$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はエタノール（95）又はアセトンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキシスロマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

旋 光 度〈*2.49*〉〔α〕$^{20}_{D}$：−93 ～ −96°（脱水物に換算したもの 0.5 g，アセトン，50 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 40 mg を正確に量り，移動相 A に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に，ロキシスロマイシン標準品 20 mg を正確に量り，移動相 A に溶かし，正確に 10 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，移動相 A を加え正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキシスロマイシンに対する相対保持時間が約 1.05 のピークの面積は標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 2 倍より大きくない．また，ロキシスロマイシン及びロキシスロマイシンに対する相対保持時間が 1.05 のピーク以外の各々のピーク面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキシスロマイシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 6 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素アンモニウム溶液（17 → 100）200 mL に水 510 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する．この液にアセトニトリル 315 mL を加える．

移動相 B：アセトニトリル/水混液（7：3）

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配を制御する．

注入後の時間（分）	移動相 A（vol%）	移動相 B（vol%）
0 ～ 38	100	0
38 ～ 39	100 ～ 90	0 ～ 10
39 ～ 80	90	10

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 21 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り，移動相 A を加えて正確に 10 mL とする．この液 20 μL から得たロキシスロマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 15 ～ 25 % になることを確認する．

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び *N*-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり，移動相 A に溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*-デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈*2.48*〉　3.0 % 以下（0.3 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 % 以下（1 g）．

定 量 法　本品及びロキシスロマイシン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に 10 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のロキシスロマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める．

ロキシスロマイシン（$C_{41}H_{76}N_2O_{15}$）の量［μg(力価)］

$= W_S \times (A_T / A_S) \times 1000$

W_S：ロキシスロマイシン標準品の秤取量［mg(力価)］

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液（17 → 100）200 mL に水 510 mL を加え，2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する．この液にアセトニトリル 315 mL を加える．

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び *N*-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり，移動相に溶かして 100 mL とする．この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，*N*-デメチルロキシスロマイシン，ロキシスロマイシンの順に溶出し，その分離度は 6 以上で，ロキシスロマイシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である．

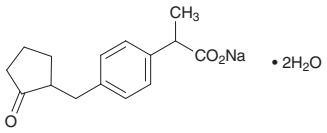
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法 容 器 気密容器．

ロキソプロフェンナトリウム水和物

Loxoprofen Sodium Hydrate

ロキソプロフェンナトリウム



$C_{15}H_{17}NaO_3 \cdot 2H_2O$：304.31

Monosodium 2-{4-[(2-oxocyclopentyl)methyl]phenyl}propanoate dihydrate

[*80382-23-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ロキソプロフェンナトリウム（$C_{15}H_{17}NaO_3$：268.28）98.5 % 以上を含む．

性 状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品の水溶液（1 → 20）は旋光性を示さない．

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ～ 8.5 である．

確認試験

（1） 本品の水溶液（1 → 55000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品の水溶液（1 → 10）はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明で，その色は薄めた色の比較液 A（1 → 2）より濃くない．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1,2-ジクロロエタン/酢酸（100）混液（9：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水 分〈*2.48*〉 11.0 ～ 13.0 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

定 量 法 本品約 60 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に薄めたメタノール（3 → 5）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．別にロキソプロフェン標準品をデシケーター（減圧，60 ℃）で 3 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，薄めたメタノール（3 → 5）に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ロキソプロフェンナトリウム（$C_{15}H_{17}NaO_3$）の量（mg）

$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 1.0892$

W_S：ロキソプロフェン標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール（3 → 5）溶液（7 → 50000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：222 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸（100）/トリエチルアミン混液（600：400：1：1）

流量：ロキソプロフェンの保持時間が約 7 分になるように調整する．

システム適合性

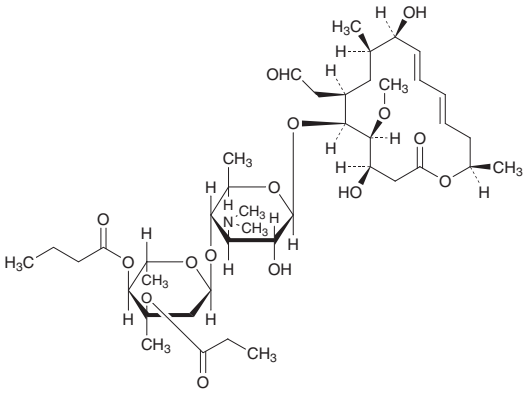
システムの性能：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキソプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯　法　容　　器　気密容器．

ロキタマイシン

Rokitamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*, 4*S*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[4-*O*-Butanoyl-2, 6-dideoxy-3-*C*-methyl-3-*O*-propanonyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3, 6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3, 9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10, 12-dien-15-olide

[*74014-51-0*]

本品は，*Streptomyces kitasatoensis* の変異株の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物ロイコマイシン A_5 の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した脱水物 1 mg 当たり 900 ～ 1050 μg（力価）を含む．ただし，本品の力価は，ロキタマイシン（$C_{42}H_{69}NO_{15}$）としての量を質量（力価）で示す．

性　状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール（99.5）又はアセトニトリルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はロキタマイシン標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液（1 → 20）につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により ^{1}H を測定するとき，δ 1.4 ppm 付近，δ 2.5 ppm 付近，δ 3.5 ppm 付近及び δ 9.8 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A，B，C 及び D を示し，各シグナルの面積強度比 A：B：C：D はほぼ 3：6：3：1 である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）．

（2）　類縁物質　本品 50 mg をアセトニトリル 50 mL に溶かし，試料溶液とする．試料溶液 3 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のロキタマイシンに対する相対保持時間が約 0.72 の 3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_7，約 0.86 の 3″-*O*-プロピオニルイソロイコマイシン A_5 及び約 1.36 の 3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_1 のピーク面積はそれぞれ標準溶液のロキタマイシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のロキタマイシン，3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_7，3″-*O*-プロピオニルイソロイコマイシン A_5，3″-*O*-プロピオニルロイコマイシン A_1 以外の各々のピーク面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 23/100 より大きくない．また，ロキタマイシン以外のピークの合計面積は標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 3 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232 nm）

カラム：内径 4.0 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：55 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた 0.5 mol/L 酢酸アンモニウム試液（2 → 5）/アセトニトリル混液（124：63：13）

流量：ロキタマイシンの保持時間が約 11 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロキタマイシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 10 mL とする．この液 5 μL から得たロキタマイシンのピーク面積が，標準溶液のロキタマイシンのピーク面積の 7 ～ 13 % になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，ロキタマイシンの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 以下で

ある．

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロキタマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

水　分〈2.48〉 3.0 % 以下（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）．

強熱残分〈2.44〉 0.2 % 以下（1 g）．

定 量 法 次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う．

（i） 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341を用いる．

（ii） 培地 培地（1）の 3）の i を用いる．ただし，滅菌後の pH〈2.54〉は 7.8 ～ 8.0 とする．

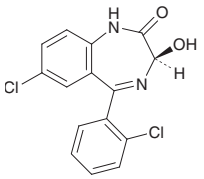
（iii） 標準溶液 ロキタマイシン標準品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，標準原液とする．標準原液は 5 ℃ 以下に保存し，10 日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（iv） 試料溶液 本品約 40 mg（力価）に対応する量を精密に量り，メタノール 50 mL に溶かし，pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする．この液適量を正確に量り，ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μg（力価）及び 0.5 μg（力価）を含むように薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯　法　容　　器 気密容器．

ロラゼパム

Lorazepam



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$：321.16

(3*RS*)-7-Chloro-5-(2-chlorophenyl)-3-hydroxy-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one ［*846-49-1*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ロラゼパム（$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$）98.5 % 以上を含む．

性　状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品はエタノール（95）又はアセトンにやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1） 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え，5 分間煮沸し，冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応〈1.09〉を呈する．

（2） 本品のエタノール（95）溶液（1 → 200000）につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（4） 本品につき，炎色反応試験（2）〈1.04〉を行うとき，緑色を呈する．

吸 光 度〈2.24〉 $E^{1\%}_{1cm}$（229 nm）：1080 ～ 1126（乾燥後，1 mg，エタノール（95），200 mL）．

純度試験

（1） 塩化物〈1.03〉 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，時々振り混ぜながら 1 時間放置した後，ろ過する．ろ液 25 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.014 % 以下）．

（2） 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）．

（3） ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う（2 ppm 以下）．

（4） 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール（95）20 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム/1,4-ジオキサン/酢酸（100）混液（91：5：4）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5 % 以下（1 g，減圧，105 ℃，3 時間）．

強熱残分〈2.44〉 0.3 % 以下（1 g）．

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.4 g を精密に量り，アセトン 50 mL に溶かし，0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 32.12 mg $C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$

貯　法

保存条件 遮光して保存する．

容　　器 気密容器．

ワイル病秋やみ混合ワクチン
Weil's Disease and Akiyami Combined Vaccine

本品は不活化したワイル病レプトスピラ，秋やみ A レプトスピラ，秋やみ B レプトスピラ及び秋やみ C レプトスピラを含む液状の注射剤である．

本品は必要ならば 1 種以上の秋やみレプトスピラを除いた製剤とすることができる．

本品は生物学的製剤基準のワイル病秋やみ混合ワクチンの条に適合する．

性　状　本品は白濁した液である．

黄色ワセリン
Yellow Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を精製したものである．

性　状　本品は黄色の全質均等の軟膏よう物質で，におい及び味はない．

本品はエタノール（95）に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品はジエチルエーテル，石油ベンジン又はテレビン油に澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．

本品は加温するとき，黄色の澄明な液となり，この液はわずかに蛍光を発する．

融　点〈*2.60*〉　38 ～ 60 ℃（第 3 法）．

純度試験

（1）　色　本品を加温して溶かし，その 5 mL を試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 3.8 mL に塩化コバルト（Ⅱ）の色の比較原液 1.2 mL を加える．

（2）　酸又はアルカリ　本品 35.0 g に熱湯 100 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯 50 mL ずつで 2 回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（5）　イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．

（6）　有機酸類　本品 20.0 g をとり，あらかじめフェノールフタレイン試液 1 滴を加え淡赤色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール 100 mL を加え，還流冷却器を付け 10 分間煮沸し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴を加え，激しく振り混ぜながら 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を滴加するとき，液の色は赤色である．

（7）　油脂又は樹脂　本品 10.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）50 mL を加え，還流冷却器を付け，30 分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸 200 mL を加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　容　器　気密容器．

白色ワセリン
White Petrolatum

本品は石油から得た炭化水素類の混合物を脱色して精製したものである．

性　状　本品は白色～微黄色の全質均等の軟膏ようの物質で，におい及び味はない．

本品は水，エタノール（95）又はエタノール（99.5）にほとんど溶けない．

本品はジエチルエーテルに澄明又はわずかに不溶分を残して溶ける．

本品は加温するとき，澄明な液となる．

融　点〈*2.60*〉　38 ～ 60 ℃（第 3 法）．

純度試験

（1）　色　本品を加温して溶かし，その 5 mL を試験管にとり，液状を保たせるとき，液の色は次の比較液より濃くない．比色に際しては白色の背景を用い，反射光線で側方から比色する．

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 1.6 mL に水 3.4 mL を加える．

（2）　酸又はアルカリ　本品 35.0 g に熱湯 100 mL を加え，5 分間激しく振り混ぜて水層を分取し，ワセリン層は更に熱湯 50 mL ずつで 2 回同様に操作し，水層を合わせ，フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて煮沸するとき，液は赤色を呈しない．更にメチルオレンジ試液 2 滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール（95）溶液（1 → 50）10 mL を加えた後，過酸化水素（30）1.5 mL を加え，点火して燃焼させる（2 ppm 以下）．

（5）　イオウ化合物　本品 4.0 g にエタノール（99.5）2 mL を加え，水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）に酸化鉛（Ⅱ）を飽和した澄明な液 2 滴を加え，しばしば振り混ぜながら 70 ℃ で 10 分間加熱した後，放冷するとき，液は暗色を呈しない．

（6）　有機酸類　本品 20.0 g をとり，あらかじめフェノー

ルフタレイン試液1滴を加え淡赤色を呈するまで0.01 mol/L水酸化ナトリウム液を加えた希エタノール 100 mL を加え，還流冷却器を付け 10 分間煮沸し，フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴を加え，激しく振り混ぜながら 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を滴加するとき，液の色は赤色である．

（7） 油脂又は樹脂　本品 10.0 g に水酸化ナトリウム溶液（1 → 5）50 mL を加え，還流冷却器を付け，30 分間煮沸し，冷後，水層を分取し，必要ならばろ過し，希硫酸 200 mL を加えるとき，油状の物質又は沈殿を生じない．

強熱残分〈*2.44*〉 0.05 % 以下（2 g）．

貯　法　容　　器　気密容器．

親水ワセリン

Hydrophilic Petrolatum

製　法

サラシミツロウ	80 g
ステアリルアルコール又はセタノール	30 g
コレステロール	30 g
白色ワセリン	適 量
全　　量	1000 g

本品は「ステアリルアルコール」又は「セタノール」，「サラシミツロウ」及び「白色ワセリン」を水浴上で加温して溶かし，かき混ぜ，これに「コレステロール」を加えて完全に溶けるまでかき混ぜた後，加温をやめ，固まるまでよくかき混ぜて製する．

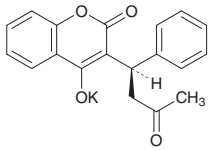
性　状　本品は白色で，わずかに特異なにおいがある．

本品に等量の水を混和しても，なお軟膏ようの稠度を保つ．

貯　法　容　　器　気密容器．

ワルファリンカリウム

Warfarin Potassium



及び鏡像異性体

$C_{19}H_{15}KO_4$：346.42

Monopotassium（1*RS*）-2-oxo-3-(3-oxo-1-phenylbutyl)chromen-4-olate ［*2610-86-8*］

本品を乾燥したものは定量するとき，ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）98.0 ～ 102.0 % を含む．

性　状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール（95）に溶けやすい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.2 ～ 8.3 である．

本品は光によって淡黄色となる．

本品の水溶液（1 → 10）は旋光性を示さない．

確認試験

（1） 本品の 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液溶液（1 → 100000）につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はワルファリンカリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2） 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したワルファリンカリウム標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）本品の水溶液（1 → 250）はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） アルカリ呈色物　本品 1.0 g を水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）に溶かし，正確に 10 mL とする．この液につき，水酸化ナトリウム溶液（1 → 20）を対照とし，15 分以内に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長 385 nm における吸光度は，0.20 以下である．

（2） 重金属〈*1.07*〉 本品 2.0 g をエタノール（95）30 mL に溶かし，希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール（95）を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）．

（3） 類縁物質　本品 0.10 g を水/メタノール混液（3：1）100 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のワルファリン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のワルファリンのピーク面積の 1/10 より大きくない．また，試料溶液のワルファリン以外のピークの合計面積は標準溶液のワルファリンのピーク面積の 1/2 より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からワルファリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たワルファリンのピーク面積が，標準溶液のワルファリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5 % になることを確認する．

システムの性能：パラオキシ安息香酸プロピル 20 mg をメタノール 50 mL に溶かし，水を加えて 200 mL とする．この液 5 mL に本品の水/メタノール混液（3：1）溶液（1 → 2000）4 mL を加え，更に水/メタノール混液（3：1）を加えて 100 mL とする．こ

の液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ワルファリンの順に溶出し，その分離度は 7 以上でシンメトリー係数は 1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉 4.5 % 以下（1 g，105 ℃，3 時間）．

定 量 法 本品及びワルファリンカリウム標準品を乾燥し，その約 25 mg ずつを精密に量り，それぞれを水/メタノール混液（3：1）に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに水/メタノール混液（3：1）を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のワルファリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S)$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸（100）混液（68：32：1）

流量：ワルファリンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ワルファリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である．

貯 法

保存条件 遮光して保存する．

容 器 気密容器．

ワルファリンカリウム錠

Warfarin Potassium Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0 % に対応するワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$：346.42）を含む．

製 法 本品は「ワルファリンカリウム」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1） 定量法の T_2 液につき，0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 306 ～ 310 nm に吸収の極大を示し，258 ～ 262 nm に吸収の極小を示す．また，定量法の T_1 液につき，0.02 mol/L 塩酸試液を対照として紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 281 ～ 285 nm 及び 303 ～ 307 nm に吸収の極大を示し，243 ～ 247 nm に吸収の極小を示す．

（2） 本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01 g に対応する量をとり，アセトン 10 mL を加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する．残留物にジエチルエーテル 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき，水層はカリウム塩の定性反応（1）〈*1.09*〉を呈する．

製剤均一性〈*6.02*〉 次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品 1 個をとり，粉末とし，水 40 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後，1 mL 中にワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に VmL とし，ろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし，T_1 液及び S_1 液とする．別に試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 25 mL とし，T_2 液及び S_2 液とする．T_1 液については T_2 液を対照とし，S_1 液については S_2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．T_1 液及び S_1 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）
$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 2000)$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）約 4 mg に対応する量を精密に量り，水 80 mL を加えて 15 分間激しく振り混ぜた後，水を加えて正確に 100 mL とする．この液をろ過し，初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し，その約 80 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加

えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし，T_1 液及び S_1 液とする．別に試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれに 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 20 mL とし，T_2 液及び S_2 液とする．T_1 液については T_2 液を対照とし，S_1 液については S_2 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．T_1 液及び S_1 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の量（mg）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / 20)$$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量（mg）

貯　法

保存条件　遮光して保存する．

容　　器　気密容器．