

一般試験法 9.41 試薬・試液

1 9.41 試薬・試液

2 一般試験法の部 9.41 試薬・試液の条前文及び次の項を次の
3 ように改める。

4 試薬は日本薬局方における試験に用いるものである。日本薬
5 局方において容量分析用標準試薬、特級、1級、水分測定用な
6 どと記載したもの又は単に試薬名を記載したものは、それぞれ
7 日本工業規格試薬の容量分析用標準物質、特級、1級、水分測
8 定用などの規格に適合するもので、試験法は日本工業規格試薬
9 の試験法に従う。認証標準物質と記載したものは、JIS Q0030
10 に基づく認証書が付けられ、国際単位系へのトレーサビリティ
11 が保証された標準物質であり、独立行政法人産業技術総合研究
12 所計量標準総合センター及び認証標準物質生産者が供給する。
13 日本薬局方の試薬名が日本工業規格と相違する場合は、これを
14 併記する。医薬品各条と記載したものは、医薬品各条の規格に
15 適合するものである。単に試験法を記載してある試薬について
16 は、日本薬局方の試験法を準用する。

17 試液は日本薬局方における試験に用いるために調製した液で
18 ある。

19 亜鉛(標準試薬) Zn JIS K8005の容量分析用標準物質のほか、
20 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用する
21 ことができる。

22 アトラクチレノリドⅢ、薄層クロマトグラフィー用
23 $C_{15}H_{20}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール
24 に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすく、水に
25 ほとんど溶けない。融点：193~196℃

26 確認試験

27 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
28 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、
29 波長217~221 nmに吸収の極大を示す。

30 (2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリ
31 ウム錠剤法により測定するとき、波数3350 cm^{-1} 、1742 cm^{-1} 、
32 1641 cm^{-1} 及び1384 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

33 純度試験 類縁物質 本品2 mgをメタノール2 mLに溶かし、
34 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
35 加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。これらの液につ
36 き、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試
37 料溶液及び標準溶液5 μL につき、「当帰芍薬散エキス」の
38 確認試験(3)を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た
39 R_f 値約0.5の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得
40 たスポットより濃くない。

41 14-アニソイルアコニン塩酸塩、定量用 $C_{33}H_{47}NO_{11} \cdot HCl$
42 白色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノールに溶けや
43 すく、水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい。融点：約
44 210℃(分解)。

45 吸光度(2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (258 nm)：276~294(脱水物に換算し
46 たもの5 mg、メタノール、200 mL)。

47 純度試験

48 (1) 類縁物質 本品1.0 mgをとり、エタノール(99.5) 1
49 mLを正確に加えて溶かした液5 μL につき、「プシ」の確認
50 試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約0.5の主スポット以
51 外のスポットを認めない。

52 (2) 類縁物質 本品5.0 mgを移動相5 mLに溶かし、試料
53 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
54 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
55 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
56 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク
57 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の14-ア
58 ニソイルアコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液の
59 14-アニソイルアコニンのピーク面積より大きくない。

60 試験条件

61 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「牛車腎気丸エ
62 キス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

63 検出器：紫外吸光度計(測定波長：245 nm)

64 面積測定範囲：14-アニソイルアコニンの保持時間の
65 約4倍の範囲

66 システム適合性

67 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
68 えて正確に20 mLとする。この液20 μL から得た14-
69 アニソイルアコニンのピーク面積が、標準溶液の14-
70 アニソイルアコニンのピーク面積の3.5~6.5%になる
71 ことを確認する。

72 システムの性能：定量用プシモノエステルアルカロイド
73 混合標準試液20 μL につき、上記の条件で操作すると
74 き、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、
75 14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの
76 分離度は4以上である。

77 システムの再現性：定量用プシモノエステルアルカロイド
78 混合標準試液20 μL につき、上記の条件で試験を6
79 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイル
80 ヒパコニン及び14-アニソイルアコニンのピーク面
81 積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である。

82 アミド硫酸(標準試薬) $HOSO_2NH_2$ JIS K8005の容量分析
83 用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準
84 物質を使用することができる。

85 アルピフロリン $C_{23}H_{29}O_{11}$ 白色の粉末で、においはない。
86 水、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

87 確認試験 本品の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→100000)
88 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル
89 を測定するとき、波長230~234 nmに吸収の極大を示す。
90 純度試験

91 (1) 類縁物質1 本品1 mgをメタノール1 mLに溶かした
92 液10 μL につき、「シャクヤク」の確認試験(2)を準用し、試
93 験を行うとき、 R_f 値約0.2の主スポット以外のスポットを認
94 めない。

95 (2) 類縁物質2 本品1 mgを量り、薄めたメタノール(1→
96 2) 10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液10 μL につき、
97 「シャクヤク」の定量法を準用し、液体クロマトグラフィー
98 (2.01)によりペオニフロリンの保持時間の2倍まで試験を行
99 う。試料溶液のアルピフロリン以外のピークの合計面積は、
100 溶媒ピークの面積を除いた全ピークの1/10より大きくない。

101 アルブチン、定量用 $C_{12}H_{16}O_7$ アルブチン、薄層クロマト
102 グラフィー用。ただし、次の試験に適合するもの。

103 吸光度(2.24) $E_{1\%}^{1cm}$ (280 nm)：70~76(4 mg、水、100
104 mL)。ただし、デシケーター(減圧、シリカゲル)で12時間乾
105 燥したもの。

1 純度試験 類縁物質 本品40 mgを水100 mLに溶かし、試
2 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確
3 に100 mLとし、標準溶液(1)とする。試料溶液及び標準溶液
4 (1) 10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
5 フィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
6 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアル
7 ブチン以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)のアルブチ
8 ンのピーク面積より大きくない。

9 操作条件

10 検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「ウワウ
11 ルシ」の定量法の操作条件を準用する。

12 検出感度：標準溶液(1) 1 mLを正確に量り、水を加え
13 て正確に20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶液
14 (2) 10 µLから得たアルブチンのピーク面積が自動積
15 分法により測定されるように調整する。また、標準溶
16 液(1) 10 µLから得たアルブチンのピーク高さがフル
17 スケールの約20%になるように調整する。

18 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアルブチンの保持
19 時間の約3倍の範囲

20 アルブチン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{12}H_{16}O_7O$ 無色～
21 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。水に溶けや
22 すく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや
23 溶けにくく、酢酸エチル又はクロロホルムにほとんど溶けな
24 い。

25 融点〈2.60〉 199～201℃

26 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをとり、エタノール(95)/
27 水混液(7:3) 1 mLを正確に加えて溶かした液20 µLにつき、
28 「ウワウルシ」の確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、
29 R_f 値約0.4の主スポット以外のスポットを認めない。

30 ウシ血清アルブミン・生理食塩液 ウシ血清アルブミン0.1 g
31 を生理食塩液100 mLに溶かし、用時製する。

32 エメチン塩酸塩、定量用 $C_{29}H_{40}N_2O_4 \cdot 2HCl$ 白色又は淡黄
33 色の結晶性の粉末である。水にやや溶けやすい。

34 吸光度〈2.24〉 $E_{1\%}^{1cm}$ (283 nm)：116～127 (10 mg、薄めた
35 メタノール(1→2)、400 mL)。ただし、デシケーター(減圧・
36 0.67 kPa以下、酸化リン(V)、50℃)で5時間乾燥したもの。

37 融点〈2.60〉 約250℃ [分解、ただし、デシケーター(減
38 圧・0.67 kPa以下、酸化リン(V)、50℃)で5時間乾燥後]。

39 純度試験 類縁物質 本品10 mgを移動相10 mLに溶かし、
40 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
41 て正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。試料溶液及び標
42 準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
43 ラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々の
44 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエ
45 メチン以外のピークの合計面積は、標準溶液(1)のエメチン
46 のピーク面積より大きくない。

47 操作条件

48 検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「トコ
49 ン」の定量法の操作条件を準用する。

50 検出感度：標準溶液(1) 1 mLを正確に量り、移動相を加
51 えて正確に20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶
52 液(2) 10 µLから得たエメチンのピーク面積が自動積
53 分法により測定されるように調整する。また、標準溶

液(1) 10 µLから得たエメチンのピーク高さがフルス
ケールの20%前後となるように調整する。

面積測定範囲：エメチンの保持時間の約3倍の範囲

57 エレウテロシドB、液体クロマトグラフィー用 $C_{17}H_{24}O_9$ 白
58 色の結晶性の粉末で、メタノールにやや溶けにくく、水に溶
59 けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。融点：
60 190～194℃

61 確認試験 本品のメタノール溶液(1→200000)につき、紫外
62 可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定する
63 とき、波長261～265 nmに吸収の極大を示す。

64 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール10 mLに溶
65 かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノ
66 ールを加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液
67 及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロ
68 マトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の
69 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶
70 液のエレウテロシドB以外のピークの合計面積は、標準溶液
71 のエレウテロシドBのピーク面積より大きくない。

72 試験条件

73 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は、「シ
74 ゴカ」の確認試験の試験条件を準用する。

75 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエレウテロシドB
76 の保持時間の約3倍の範囲

77 システム適合性

78 システムの性能は「シゴカ」の確認試験のシステム適合
79 性を準用する。

80 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノール
81 を加えて正確に20 mLとする。この液10 µLから得
82 たエレウテロシドBのピーク面積が、標準溶液10
83 µLから得たエレウテロシドBのピーク面積の3.5～
84 6.5%になることを確認する。

85 塩化ナトリウム(標準試薬) NaCl JIS K8005の容量分析用
86 標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物
87 質を使用することができる。

88 ギンセノシドRc $C_{53}H_{90}O_{22}$ 白色の結晶性の粉末で、にお
89 はない。

90 純度試験 本品1 mgを薄めたメタノール(3→5)に溶かし、
91 10 mLとし、試料溶液とする。この液10 µLにつき、「ニン
92 ジン」の定量法(2)の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉
93 によりギンセノシドRcが溶出し終わるまで試験を行う。試
94 料溶液のギンセノシドRc以外のピークの合計面積は溶媒ピ
95 ークの面積を除いた全ピーク面積の1/10より大きくない。

96 ギンセノシドRe $C_{48}H_{82}O_{18}$ 白色の結晶性の粉末で、にお
97 はない。

98 純度試験 本品1.0 mgを薄めたメタノール(3→5)に溶かし、
99 10 mLとし、試料溶液とする。この液10 µLにつき、「ニン
100 ジン」の定量法(1)の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉
101 によりギンセノシドReが溶出し終わるまで試験を行う。試
102 料溶液のギンセノシドRe以外のピークの合計面積は溶媒ピ
103 ークの面積を除いた全ピーク面積の1/10より大きくない。

104 グリココール酸ナトリウム、薄層クロマトグラフィー用
105 $C_{26}H_{42}NNaO_6$ 白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末であ
106 る。水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)に溶
107 けにくい。融点：約260℃(分解)。

- 1 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉
2 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数2940 cm⁻¹、
3 1640 cm⁻¹、1545 cm⁻¹、1450 cm⁻¹、1210 cm⁻¹、1050 cm⁻¹及
4 び600 cm⁻¹付近に吸収を認める。
5 旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: +25~+35° (60 mg, メタノール,
6 20 mL, 100 mm)。
7 純度試験 類縁物質 本品5 mgをメタノール1 mLに溶かし、
8 試料溶液とする。この液0.2 mLを正確に量り、メタノール
9 を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。これらの液に
10 つき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。
11 試料溶液及び標準溶液5 μLずつにつき、「ユウタン」の確
12 認試験を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得たR_f値
13 約0.2の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たス
14 ポットより濃くない。
- 15 グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィー用 C₄₂H₆₂O₁₆
16 白色の結晶性の粉末で、特異な甘味がある。熱湯又はエタノ
17 ール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けな
18 い。融点: 213~218°C(分解)。
19 純度試験 類縁物質 本品10 mgを希エタノール5 mLに溶
20 かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、希エタ
21 ノールを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料
22 溶液及び標準溶液10 μLにつき、「カンゾウ」の確認試験を
23 準用し、試験を行うとき、試料溶液から得たR_f値約0.3の主
24 スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより
25 濃くない。
- 26 (E)ーケクロゲン酸、薄層クロマトグラフィー用 C₁₆H₁₈O₉
27 白色の粉末で、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやす
28 く、水にやや溶けにくい。融点: 約205°C(分解)。
29 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール2 mLに溶か
30 し、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー
31 〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 μLを薄層クロマト
32 グラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット
33 する。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液(6:1:1)を展開溶媒
34 として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外
35 線(主波長365 nm)を照射するとき、R_f値約0.5の主スポット
36 以外のスポットを認めない。
- 37 シノブファギン、定量用 C₂₆H₃₄O₆ 白色の結晶性の粉末で、
38 においはない。
39 吸光度〈2.24〉 E_{1cm}^{1%}(295 nm): 125~137 (10 mg, メタノ
40 ール, 250 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で24時
41 間乾燥したもの。
42 純度試験 類縁物質 本品40 mgを量り、以下定量用ブファ
43 リンの純度試験を準用する。
44 含量 98.0%以上。定量法 本品をデシケーター(シリカ
45 ゲル)で24時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノ
46 ールに溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。この液
47 20 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に
48 より試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定
49 し、面積百分率法によりシノブファギンの量を求める。
50 操作条件
51 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 295 nm)
52 カラム: 内径4~6 mm, 長さ15~30 cmのステンレス
53 管に5~10 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデ
54 シルシリル化シリカゲルを充てんする。
- 55 カラム温度: 40°C付近の一定温度
56 移動相: 水/アセトニトリル混液(1:1)
57 流量: シノブファギンの保持時間が約7分になるように
58 調整する。
59 カラムの選定: 本品、定量用ブファリン及び定量用レジ
60 ブフォゲニン10 mgずつをメタノールに溶かして200
61 mLとする。この液20 μLにつき、上記の条件で操作
62 するとき、ブファリン、シノブファギン、レジブフォ
63 ゲニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離
64 するものを用いる。
65 検出感度: 試料溶液1 mLを正確に量り、メタノールを
66 加えて正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。この
67 溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に
68 20 mLとし、標準溶液(2)とする。標準溶液(2) 20 μL
69 から得たシノブファギンのピーク面積が自動積分法に
70 より測定されるように調整する。また、標準溶液(1)
71 20 μLから得たシノブファギンのピーク高さがフルス
72 ケールの20%前後となるように調整する。
73 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からシノブファギンの
74 保持時間の約2倍の範囲
- 75 シュウ酸ナトリウム(標準試薬) C₂O₄Na₂ JIS K8005の容量
76 分析用標準物質(しゅう酸ナトリウム)のほか、容量分析に用
77 いることが可能な認証標準物質を使用することができる。
78 セファエリン臭化水素酸塩 C₂₈H₃₈N₂O₄·2HBr 白色又は淡
79 黄色の結晶性の粉末である。
80 純度試験 本品10 mgを移動相10 mLに溶かし、試料溶液と
81 する。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に10
82 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLず
83 つを正確にとり、「トコン」の定量法を準用し、液体クロマ
84 トグラフィー〈2.01〉によりエメチンの保持時間の2倍まで試
85 験を行う。試料溶液のセファエリン以外のピークの合計面積
86 は、標準溶液のセファエリンのピーク面積より大きくない。
87 タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム、薄層クロマトグラ
88 フィー用 C₂₆H₄₄NNaO₆S 白色~微褐色の結晶性の粉末又
89 は粉末である。メタノールに溶けやすく、水にやや溶けやす
90 く、エタノール(99.5)にやや溶けにくい。
91 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉
92 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数2940 cm⁻¹、
93 1600 cm⁻¹、1410 cm⁻¹、1305 cm⁻¹、1195 cm⁻¹、1080 cm⁻¹、
94 1045 cm⁻¹、980 cm⁻¹、950 cm⁻¹、910 cm⁻¹及び860 cm⁻¹付近
95 に吸収を認める。
96 旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: +40~+50° (40 mg, メタノール,
97 20 mL, 100 mm)。
98 純度試験 類縁物質 本品10 mgをメタノール1 mLに溶かし、
99 試料溶液とする。この液0.2 mLを正確に量り、メタノール
100 を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。これらの液に
101 つき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。
102 試料溶液及び標準溶液5 μLずつにつき、「ユウタン」の確
103 認試験を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得たR_f値
104 約0.2の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たス
105 ポットより濃くない。
- 106 炭酸ナトリウム(標準試薬) Na₂CO₃ JIS K8005の容量分析
107 用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準
108 物質を使用することができる。

- 1 チクセツサポニンⅣ, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{47}H_{74}O_{18}$ 53 時間加熱した後, 速やかに氷冷する。この液につき, 過量の
2 白色の結晶性の粉末で, メタノール又はエタノール(95)に溶 54 水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定
3 けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点:約 55 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。
4 215°C(分解)。
5 純度試験 類縁物質 本品2 mgをメタノール1 mLに溶かし 56 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=250.3 mg $C_{15}H_{22}O_3$
6 た液5 μ Lにつき, 「チクセツニンジン」の確認試験を準用 57 パラオキシ安息香酸ヘキシル $C_{13}H_{18}O_3$ 白色の結晶又は結
7 し, 試験を行うとき, R_f値約0.4の主スポット以外のスポッ 58 晶性の粉末である。
8 トを認めない。
9 銅(標準試薬) Cu JIS K8005の容量分析用標準物質のほか 59 融点 <2.60> 49~53°C
10 か, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用す 60 含量 98.0%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り, 1
11 ることができる。 61 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え, 約70°Cで1
12 ナリンギン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{27}H_{32}O_{14}$ 白色~ 62 時間加熱した後, 速やかに氷冷する。この液につき, 過量の
13 淡黄色の結晶性の粉末である。エタノール(95)又はアセトン 63 水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定
14 に溶けやすく, 水に溶けにくい。融点:約170°C(分解)。 64 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。
15 旋光度 <2.49> $[\alpha]_D^{20}$: -87~-93° (0.1 g, エタノール 65 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=222.3 mg $C_{13}H_{18}O_3$
16 (95), 10 mL, 100 mm)。
17 純度試験 類縁物質 本品10 mgをエタノール(95) 10 mLに 66 パラオキシ安息香酸ベンジル $C_{14}H_{12}O_3$ 白色の微細な結晶
18 溶かした液10 μ Lにつき, 「トウヒ」の確認試験を準用し, 67 又は結晶性の粉末である。本品はエタノール(95)に溶けやす
19 試験を行うとき, R_f値約0.4の主スポット以外にスポットを 68 く, 水に極めて溶けにくい。
20 認めない。
21 ニクロム酸カリウム(標準試薬) $K_2Cr_2O_7$ JIS K8005の容量 69 融点 <2.60> 109~112°C
22 分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証 70 強熱残分 <2.44> 0.1%以下。
23 標準物質を使用することができる。 71 含量 99.0%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り, 1
24 薄層クロマトグラフィー用ナリンギン ナリンギン, 薄層クロ 72 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え, 約70°Cで1
25 マトグラフィー用 を見よ。 73 時間加熱した後, 速やかに氷冷する。この液につき, 過量の
26 パラオキシ安息香酸イソブチル $C_{11}H_{14}O_3$ 無色の結晶又は 74 水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定
27 白色の結晶性の粉末である。エタノール(95)に溶けやすく, 75 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。
28 水にほとんど溶けない。 76 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=228.2 mg $C_{14}H_{12}O_3$
29 融点 <2.60> 74~78°C
30 強熱残分 <2.44> 0.1%以下。
31 含量 99.0%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り, 1 77 パルマチン塩化物 $C_{21}H_{22}ClNO_4$ 黄褐色の結晶性の粉末であ
32 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え, 約70°Cで1 78 る。
33 時間加熱した後, 速やかに氷冷する。この液につき, 過量の 79 純度試験 類縁物質 本品1 mgを量り, メタノール10 mL
34 水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定 80 に溶かし, 試料溶液とする。この液20 μ Lにつき, 「オウバ
35 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。 81 ク」の定量法を準用し, 液体クロマトグラフィー <2.01> に
36 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=194.2 mg $C_{11}H_{14}O_3$ 82 よりベルベリンの保持時間の2倍まで試験を行う。試料溶液
37 パラオキシ安息香酸イソプロピル $C_{10}H_{12}O_3$ 無色の微細な 83 のパルマチン以外のピークの合計面積は, 溶媒ピークの面積
38 結晶又は白色の結晶性の粉末である。エタノール(95)に溶け 84 を除いた全ピーク面積の1/10より大きくない。
39 やすく, 水に極めて溶けにくい。 85 フタル酸ジエチル $C_6H_4(COOC_2H_5)_2$ 無色の澄明な液である。
40 融点 <2.60> 84~86°C 86 屈折率 <2.45> n_D^{20} : 1.500~1.505
41 強熱残分 <2.44> 0.1%以下。
42 含量 99.0%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り, 1 87 フタル酸水素カリウム(標準試薬) $C_6H_4(COOK)(COOH)$
43 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え, 約70°Cで1 88 JIS K8005の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いる
44 時間加熱した後, 速やかに氷冷する。この液につき, 過量の 89 ことが可能な認証標準物質を使用することができる。
45 水酸化ナトリウムを第二変曲点まで0.5 mol/L硫酸で滴定 90 フッ化ナトリウム(標準試薬) NaF JIS K8005の容量分析用
46 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。 91 標準物質(ふっ化ナトリウム)のほか, 容量分析に用いること
47 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=180.2 mg $C_{10}H_{12}O_3$ 92 が可能な認証標準物質を使用することができる。
48 パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル $C_{15}H_{22}O_3$ 微黄色 93 ブロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・エタノール試
49 澄明の粘稠な液体である。本品はエタノール(99.5)と混和す 94 液 ブロモクレゾールグリーン50 mgを0.1 mol/L水酸化ナ
50 る。本品は水にほとんど溶けない。 95 トリウム液0.72 mL及びエタノール(95) 20 mLに溶かし, 水
51 含量 98.0%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り, 1 96 を加えて100 mLとする。
52 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え, 約70°Cで1 97 感度試験 本品0.2 mLに新たに煮沸して冷却した水100 mL
98 を加えるとき, 液の色は青色である。この液に液の色が黄色
99 に変化するまで0.02 mol/L塩酸を加えるとき, その量は0.2
100 mL以下である。
101 変色点 pH 3.6(黄色)~pH 5.2(青色)
102 ペオニフロリン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{23}H_{28}O_{11}$ 無
103 色の粉末で, においはない。水又はメタノールに溶けやすく,

1 ジエチルエーテルにほとんど溶けない。融点：123～125℃
 2 (分解)。
 3 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをとり、メタノール1 mL
 4 を正確に加えて溶かした液20 μ Lにつき、「シャクヤク」の
 5 確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約0.3の主スポ
 6 ット以外のスポットを認めない。
 7 ベンゾイルヒパコニン塩酸塩、定量用 $C_{31}H_{43}NO_9 \cdot HCl$ 白
 8 色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールに溶けやすく、
 9 水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくい。
 10 融点：約230℃(分解)。
 11 吸光度〈2.24〉 $E_{1\%}^{1cm}$ (230 nm)：225～240 (脱水物に換算し
 12 たもの5 mg, メタノール, 200 mL)。
 13 純度試験
 14 (1) 類縁物質 本品1.0 mgをとり、エタノール(99.5) 1
 15 mLを正確に加えて溶かした液5 μ Lにつき、「ブシ」の確認
 16 試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約0.5の主スポット以
 17 外のスポットを認めない。
 18 (2) 類縁物質 本品5.0 mgを移動相5 mLに溶かし、試料
 19 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
 20 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 21 20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 22 〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク
 23 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のベンゾイ
 24 ルヒパコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベンゾ
 25 イルヒパコニンのピーク面積より大きくない。
 26 試験条件
 27 カラム、カラム温度、移動相及び流量は「牛車腎気丸エ
 28 キス」の定量法(3)の試験条件を準用する。
 29 検出器：紫外吸光度計(測定波長：245 nm)
 30 面積測定範囲：ベンゾイルヒパコニンの保持時間の約5
 31 倍の範囲
 32 システム適合性
 33 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
 34 えて正確に20 mLとする。この液20 μ Lから得たベン
 35 ゾイルヒパコニンのピーク面積が、標準溶液のベンゾ
 36 イルヒパコニンのピーク面積の3.5～6.5%になること
 37 を確認する。
 38 システムの性能：定量用ブシモノエステルアルカロイド
 39 混合標準試液20 μ Lにつき、上記の条件で操作すると
 40 き、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、
 41 14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの
 42 分離度は4以上である。
 43 システムの再現性：定量用ブシモノエステルアルカロイ
 44 ド混合標準試液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6
 45 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイル
 46 ヒパコニン及び14-アニソイルアコニンのピーク面
 47 積の相対標準偏差はそれぞれ1.5%以下である。
 48 ベンゾイルメサコニン塩酸塩、薄層クロマトグラフィー用
 49 $C_{31}H_{43}NO_{10} \cdot HCl$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。
 50 水又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、メタノールにや
 51 や溶けにくい。融点：約250℃(分解)。
 52 吸光度〈2.24〉 $E_{1\%}^{1cm}$ (230 nm)：217～231 (脱水物に換算し
 53 たもの5 mg, メタノール, 200 mL)。
 54 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをとり、エタノール(99.5)

55 1 mLを正確に加えて溶かした液5 μ Lにつき、「ブシ」の確
 56 認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約0.4の主スポット
 57 以外のスポットを認めない。
 58 ホノキオール $C_{18}H_{18}O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、
 59 においはない。
 60 純度試験 本品1 mgを量り、移動相に溶かして10 mLとし、
 61 試料溶液とする。この液10 μ Lにつき、「コウボク」の定量
 62 法を準用し、液体クロマトグラフィー〈2.01〉によりマグノ
 63 ロールの保持時間の2倍まで試験を行う。試料溶液のホノキ
 64 オール以外のピークの合計面積は、溶媒ピークの面積を除い
 65 た全ピーク面積の1/10より大きくない。
 66 ヨウ素酸カリウム(標準試薬) KIO_3 JIS K8005の容量分析
 67 用標準物質(ヨウ素酸カリウム)のほか、容量分析に用いるこ
 68 とが可能な認証標準物質を使用することができる。
 69 リクイリチン、薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{22}O_9$ 白色
 70 の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールにやや溶けにく
 71 く、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶けない。
 72 融点：約210℃(分解)。
 73 確認試験 本品の薄めたメタノール(1→2)溶液(1→100000)
 74 につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクト
 75 ルを測定するとき、波長215～219 nm及び275～279 nmに
 76 吸収の極大を示す。
 77 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール1 mLに溶か
 78 した液1 μ Lにつき、「葛根湯エキス」の確認試験(5)を準用
 79 し、試験を行うとき、 R_f 値約0.4の主スポット以外のスポッ
 80 トを認めない。
 81 硫酸ヒドラジニウム試液 硫酸ヒドラジニウム1.0 gを水に溶
 82 かして100 mLとする。4～6時間放置する。
 83 レジブフォゲニン、定量用 $C_{24}H_{32}O_4$ 白色の結晶性の粉末
 84 で、においはない。
 85 吸光度〈2.24〉 $E_{1\%}^{1cm}$ (300 nm)：131～145 (10 mg, メタノ
 86 ール, 250 mL)。ただし、デシケーター(シリカゲル)で24時
 87 間乾燥したもの。
 88 純度試験 類縁物質 本品40 mgを精密に量り、以下定量用
 89 プファリンの純度試験を準用する。
 90 含量 98.0%以上。定量法 本品をデシケーター(シリカ
 91 ゲル)で24時間乾燥し、その約10 mgを精密に量り、メタノ
 92 ールを加えて溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。
 93 この液20 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
 94 〈2.01〉により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法
 95 により測定し、面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を
 96 求める。
 97 操作条件
 98 検出器：紫外吸光度計(測定波長：300 nm)
 99 カラム：内径4～6 mm、長さ15～30 cmのステンレス
 100 管に5～10 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデ
 101 シルシリル化シリカゲルを充てんする。
 102 カラム温度：40℃付近の一定温度
 103 移動相：水/アセトニトリル混液(1：1)
 104 流量：レジブフォゲニンの保持時間が約9分になるよ
 105 うに調整する。
 106 カラムの選定：本品、定量用プファリン及び定量用シノ
 107 プファギン10 mgずつをメタノールに溶かして200
 108 mLとする。この液20 μ Lにつき、上記の条件で操作

1 するとき、ブファリン、シノブファギン、レジブフォ
2 ゲニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離
3 するものを用いる。
4 検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを
5 加えて正確に 100 mL とし、標準溶液(1)とする。こ
6 の溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確
7 に 20 mL とし、標準溶液(2)とする。標準溶液(2) 20
8 μL から得たレジブフォゲニンのピーク面積が自動積
9 分法により測定されるように調整する。また、標準溶
10 液(1) 20 μL から得たレジブフォゲニンのピーク高さ
11 がフルスケールの 20%前後となるように調整する。
12 面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニン
13 の保持時間の約 2 倍の範囲
14 レジブフォゲニン、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4$
15 白色の結晶性の粉末で、においはない。メタノール又はアセ
16 トンに溶けやすい。
17 純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg にアセトン 5 mL を正確に
18 加えて溶かした液 5 μL につき、「センソ」の確認試験を準
19 用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポ
20 ットを認めない。

21 9.41 試薬・試液

22 一般試験法の部 9.41 試薬・試液の条に次の項を加える。

23 ICP分析用水 誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合
24 プラズマ質量分析法 を見よ。

25 アジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液 アジ化
26 ナトリウム 0.25 g を、塩化ナトリウム 8.0 g、塩化カリウム
27 0.2 g、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.9 g 及びリン酸
28 二水素カリウム 0.2 g を水に溶かして 1000 mL とした液に溶
29 かす。

30 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン
31 酸)ニアンモニウム $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2$ 帯青緑色の結
32 晶性の粉末である。

33 融点 <2.60> 約 330°C (分解)。

34 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン
35 酸)ニアンモニウム試液 クエン酸一水和物 5.3 g を水に溶
36 かし、500 mL とした液に、無水リン酸水素二ナトリウム 7.1
37 g を水に溶かし、500 mL とした液を加えて pH 4.3 に調整す
38 る。この液 20 mL に 2,2'-アジノビス(3-エチルベンゾチア
39 ゾリン-6-スルホン酸)ニアンモニウム 15 mg を溶かし、用
40 時、過酸化水素試液 14 μL を加える。

41 *N*-アセチルガラクトサミン $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NO}_6$ 白色の結晶又は結
42 晶性の粉末である。

43 含量 98.0%以上。定量法 本品 36 mg を水 1 mL に溶か
44 す。この液 15 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー
45 <2.01> により試験を行う。各々のピーク面積につき自動
46 積分法で測定し、面積百分率法により本品の含量を求める。

47 試験条件

48 検出器：示差屈折計(検出器温度：40°C 付近の一定温度)
49 カラム：内径 8 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 7
50 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニル

51 ベンゼン共重合体を充填する。

52 カラム温度：80°C 付近の一定温度

53 移動相：水

54 流量：毎分 0.5 mL

55 面積測定範囲：*N*-アセチルガラクトサミンの保持時間
56 の 3 倍の範囲。

57 *N*-アセチルノイラミン酸 $\text{C}_{11}\text{H}_{19}\text{NO}_9$ 白色の結晶又は結晶
58 性の粉末である。

59 含量 98.0%以上。定量法 本品 30 mg を移動相 1 mL に
60 溶かす。この液 15 μL につき、次の条件で液体クロマトグラ
61 フィー <2.01> により試験を行う。各々のピーク面積につき
62 自動積分法で測定し、面積百分率法により本品の含量を求め
63 る。

64 試験条件

65 検出器：示差屈折計(検出器温度：40°C 付近の一定温度)

66 カラム：内径 8 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 6

67 μm の液体クロマトグラフィー用スチレン-ジビニル
68 ベンゼン共重合体を充填する。

69 カラム温度：50°C 付近の一定温度

70 移動相：10 mmol/L 過塩素酸溶液

71 流量：毎分 0.5 mL

72 面積測定範囲：*N*-アセチルノイラミン酸の保持時間の
73 3 倍の範囲。

74 *N*-アセチルノイラミン酸、エポエチンアルファ用
75 $\text{C}_{11}\text{H}_{19}\text{NO}_9$ 白色針状結晶性の粉末である。

76 *N*-アセチルノイラミン酸試液、0.4 mmol/L エポエチンア
77 ルファ用 *N*-アセチルノイラミン酸約 15.5 mg を精密に量り、
78 水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 V mL を正確に量
79 り、水を加えて正確に 100 mL とする。

80 $V(\text{mL}) = 309.3 \times 2 / N$ -アセチルノイラミン酸の秤取量
81 (mg)

82 *o*-アセトアニシジド $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 白色～淡褐色の結晶又は
83 結晶性の粉末である。アセトニトリル又はエタノール(99.5)
84 に溶けやすく、水に溶けにくい。融点：86～89°C。

85 アトラクチレノリドⅢ、定量用 $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{O}_3$ アトラクチレノ
86 リドⅢ、薄層クロマトグラフィー用。ただし、次の試験に適
87 合するもの。

88 吸光度 <2.24> $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (219 nm)：446～481 (5 mg、メタノ
89ール、500 mL)。

90 純度試験 類縁物質 本品 5 mg をメタノール 50 mL に溶か
91 し、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノ
92ールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液
93 及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロ
94 マトグラフィー <2.01> により試験を行う。それぞれの液の
95 各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶
96 液のアトラクチレノリドⅢ以外のピークの合計面積は、標準
97 溶液のアトラクチレノリドⅢのピーク面積より大きくない。

98 試験条件

99 カラム、カラム温度及び移動相は「当帰芍薬散エキ
100 ス」の定量法(3)の試験条件を準用する。

101 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

102 流量：アトラクチレノリドⅢの保持時間が約 11 分にな
103 るように調整する。

- 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアトラクチレノリドⅢの保持時間の約5倍の範囲
- システム適合性
- 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たアトラクチレノリドⅢのピーク面積が、標準溶液のアトラクチレノリドⅢのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。
- システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アトラクチレノリドⅢのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。
- システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アトラクチレノリドⅢのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。
- アトラクチロジン、定量用 $C_{13}H_{10}O$ 白色~微黄色の結晶である。メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：約54°C
- 確認試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のメタノール溶液(1→250000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.2〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長256~260 nm、270~274 nm、332~336 nm及び352~356 nmに吸収の極大を示す。
- 吸光度〈2.2〉 $E_{1\%}^{1cm}$ (272 nm)：763~819 (2 mg、メタノール、250 mL)。ただし、本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。
- 純度試験 類縁物質
- (i) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品2 mgをメタノール2 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、速やかにヘキサン/アセトン混液(7:1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用バニリン・硫酸・エタノール試液を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱するとき、試料溶液から得た R_f 値約0.4の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。
- (ii) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品5 mgをメタノール250 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアトラクチロジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアトラクチロジンのピーク面積より大きくない。
- 試験条件
- 検出器、カラム、カラム温度及び移動相は「当帰芍薬散エキス」の定量法(4)の試験条件を準用する。
- 流量：アトラクチロジンの保持時間が約13分になるように調整する。
- 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアトラクチロジンの保持時間の約5倍の範囲
- システム適合性
- 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとする。この液20 μ Lから得たアトラクチロジンのピーク面積が、標準溶液20 μ Lから得たアトラクチロジンのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。
- システムの性能：標準溶液を無色の容器に入れ、紫外線(主波長365 nm)を約1分間照射する。この液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アトラクチロジン以外に1本の異性体のピークを認め、異性体、アトラクチロジンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。
- システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アトラクチロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。
- アトラクチロジン試液、定量用 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。定量用アトラクチロジン5.0 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に1000 mLとする。
- アビジン・ビオチン試液 リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液15 mLにアビジン試液及びビオチン化ペルオキシダーゼ試液各2滴を加えて混和する。
- 亜硫酸オキシダーゼ 本品の1単位は二酸化イオウと酸素を基質にして、pH 8.0、25°Cで1分間に1 μ molの酸素を消費する酵素量とする。
- 亜硫酸オキシダーゼ試液 亜硫酸オキシダーゼを硫酸アンモニウム試液に懸濁し、その活性を1 mL当たり2.5単位とする。
- 貯法 0~8°Cで保存する。
- アルジオキサ、定量用 $C_4H_7AlN_4O_5$ [医薬品各条、「アルジオキサ」ただし、乾燥したものを定量するとき、アラントイン($C_4H_6N_4O_5$) 67.3~71.0%及びアルミニウム(Al) 11.6~12.5%を含むもの]
- アルテミシア・アルギイ、純度試験用 本品は *Artemisia argyi* H. Léveillé et Vaniotの葉及び枝先を粉末にしたものである。
- 確認試験 本品0.5 gにメタノール/水混液(3:2) 5 mLを加え、10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/水混液(4:1)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°Cで5分間加熱した後、紫外線(主波長365 nm)を照射するとき、 R_f 値0.3及び0.4付近にそれぞれ緑色の蛍光を発するスポットを認める(オイパチリン及びジャセオシジン)。
- イスコフ改変ダルベッコ粉末培地 1 L当たり無水塩化カルシウム0.165 g、無水硫酸マグネシウム97.67 mg、塩化カリウム0.330 g、硝酸カリウム76 μ g、塩化ナトリウム4.5 g、リン酸二水素ナトリウム一水和物0.125 g、亜セレン酸ナトリウム五水和物17.3 μ g、グリシン30 mg、L-アラニン25 mg、L-アルギニン塩酸塩84 mg、L-アスパラギン25 mg、L-アスパラギン酸30 mg、L-シスチン二塩酸塩91.4 mg、L-グルタミン酸75 mg、L-グルタミン0.584 g、L-ヒスチジ

1 ン塩酸塩一水和物42 mg, L-イソロイシン0.105 g, L-ロ
2 イシン0.105 g, L-リシン塩酸塩0.146 g, L-メチオニン30
3 mg, L-フェニルアラニン66 mg, L-プロリン40 mg, L-
4 セリン42 mg, L-トレオニン95 mg, L-トリプトファン16
5 mg, L-チロシン二ナトリウム塩0.104 g, L-バリン94 mg,
6 ピオチン13 µg, 塩化コリン4 mg, D-パントテン酸カルシ
7 ウム4 mg, 葉酸4 mg, ニコチン酸アミド4 mg, ピリドキサ
8 ール塩酸塩4 mg, リボフラビン0.4 mg, チアミン塩酸塩4
9 mg, シアノコバラミン13 µg, ミオイノシトール7.2 mg,
10 ブドウ糖4.5 g, N-2-ヒドロキシエチルピペラジン-N'-
11 2-エタンスルホン酸5.958 g, フェノールレッド15 mg, ピ
12 ルビン酸ナトリウム0.110 gを含有する細胞培養用培地。
13 イスコフ改変ダルベッコ液体培地, フィルグラスチム用 1 L
14 当たり無水塩化カルシウム0.165 g, 無水硫酸マグネシウム
15 97.67 mg, 塩化カリウム0.330 g, 硝酸カリウム76 µg, 塩
16 化ナトリウム4.5 g, リン酸二水素ナトリウム一水和物0.125
17 g, 亜セレン酸ナトリウム五水和物17.3 µg, グリシン30 mg,
18 L-アラニン25 mg, L-アルギニン塩酸塩84 mg, L-アス
19 パラギン25 mg, L-アスパラギン酸30 mg, L-シスチン二
20 塩酸塩91.4 mg, L-グルタミン酸75 mg, L-グルタミン
21 0.584 g, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物42 mg, L-イソロ
22 イシン0.105 g, L-ロイシン0.105 g, L-リシン塩酸塩
23 0.146 g, L-メチオニン30 mg, L-フェニルアラニン66
24 mg, L-プロリン40 mg, L-セリン42 mg, L-トレオニン
25 95 mg, L-トリプトファン16 mg, L-チロシン二ナトリ
26 ム塩0.104 g, L-バリン94 mg, ピオチン13 µg, 塩化コリ
27 ン4 mg, D-パントテン酸カルシウム4 mg, 葉酸4 mg, ニ
28 コチン酸アミド4 mg, ピリドキサール塩酸塩4 mg, リボフ
29 ラビン0.4 mg, チアミン塩酸塩4 mg, シアノコバラミン13
30 µg, ミオイノシトール7.2 mg, ブドウ糖4.5 g, N-2-ヒド
31 ロキシエチルピペラジン-N'-2-エタンスルホン酸5.958
32 g, フェノールレッド15 mg, ビルビン酸ナトリウム0.110 g,
33 炭酸水素ナトリウム3.024 gを含有する細胞培養用培地。
34 (S)-イソシアン酸1-フェニルエチルエステル
35 $C_6H_5CH(CH_3)NCO$ 無色~淡黄色の澄明な液で, 特異にな
36 おいがある。
37 比重<2.56> d_4^{20} : 1.040~1.050
38 旋光度<2.49> α_D^{20} : -8.5~-11.5° (100 mm)。
39 一次抗体試液 エポエチナルファ用ブロッキング試液1.5
40 mLとアジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液
41 13.5 mLを混和し, 100 µgタンパク質を含む容量のマウス抗
42 エポエチナルファモノクローナル抗体, アプロチニン1 ×
43 10⁶単位を水5 mLに溶かした液50 µL及びフェニルメチルス
44 ルフォニルフルオリド1.74 mgをメタノール100 mLに溶か
45 した液100 µLを加えて混和する。
46 一硝酸イソソルビド, 定量用 $C_6H_9NO_6$ 白色の結晶で, に
47 おいはない。
48 精製法 「70%-一硝酸イソソルビド乳糖末」に3倍以上の
49 酢酸エチルを加えて激しく振り混ぜた後, 孔径0.5 µm以下
50 のメンブランフィルターでろ過し, ろ液を水浴上で減圧留去
51 する。残留物にヘキサソル/酢酸エチル混液(3:2)を加えて再
52 結晶した後, シリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥する。
53 確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法
54 <2.25>の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数

55 3210~3230 cm^{-1} , 1651 cm^{-1} , 1635 cm^{-1} , 1282 cm^{-1} ,
56 1093 cm^{-1} 及び852 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
57 旋光度<2.49> $[\alpha]_D^{20}$: +171~+176°(乾燥後, 1 g, エタ
58 ノール(95), 100 mL, 100 mm)。
59 融点<2.60> 89~92°C
60 純度試験 類縁物質 本品50 mgを水5 mLに溶かし, 試料
61 溶液とする。この液1 mLを正確に量り, 水を加えて正確に
62 100 mLとする。この液5 mLを正確に量り, 水を加えて正確
63 に50 mLとし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
64 µLずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
65 <2.01>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面
66 積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液の一硝酸イソ
67 ソルビド以外のピークの面積は, 標準溶液の一硝酸イソソ
68 ルビドのピーク面積より大きくない。また, 試料溶液の一硝酸
69 イソソルビド以外のピークの合計面積は, 標準溶液の一硝酸
70 イソソルビドのピーク面積の2倍より大きくない。ただし,
71 一硝酸イソソルビドに対する相対保持時間約4.5のピーク面
72 積は, 自動積分法で求めた面積に感度係数0.62を乗じた値と
73 する。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は

「70%-一硝酸イソソルビド乳糖末」の定量法の試験
条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後から一硝酸イソソルビ
ドの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 µLにつき, 上記の条件
で操作するとき, 一硝酸イソソルビドのピークの理論
段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 2000 段以上,
1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 µLにつき, 上記の条
件で試験を6回繰り返すとき, 一硝酸イソソルビド
のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量<2.41> 0.5%以下(1 g, 減圧, シリカゲル, 4時
間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し, その約0.2 g
を精密に量り, ケルダールフラスコに入れ, 水10 mLに溶か
し, デバルダ合金3 g及び水40 mLを加え, 窒素定量法
<1.08>の蒸留装置に連結する。受器には0.05 mol/L硫酸25
mLを正確に量り, プロモクレゾールグリーン・メチルレッ
ド試液5滴を加え, 冷却器の下端を浸す。漏斗から水酸化ナ
トリウム溶液(1→2) 15 mLを加え, 注意して水20 mLで洗い
込み, 直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ,
徐々に水蒸気を通じて留液約100 mLを得るまで蒸留する。
冷却器の下端を液面から離し, 少量の水でその部分を洗い込
み, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定<2.50>する。ただ
し, 滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わ
るときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L硫酸1 mL=19.11 mg $C_6H_9NO_6$

イブプロフェンピコノール $C_{19}H_{23}NO_2$ [医薬品各条]

イブプロフェンピコノール, 定量用 $C_{19}H_{23}NO_2$ [医薬品各
条, 「イブプロフェンピコノール」ただし, 定量するとき,
換算した脱水物に対し, イブプロフェンピコノール

- 1 (C₁₀H₂₃NO₂) 99.0%以上を含み、次の試験に適合するもの]
- 2 純度試験 類縁物質 本品0.15 gを移動相に溶かし100 mL
- 3 とする。この液10 mLを量り、移動相を加えて30 mLとし、
- 4 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
- 5 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
- 6 溶液5 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
- 7 フィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
- 8 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイブ
- 9 プロフェンピコノール以外のピークの合計面積は、標準溶液
- 10 のイブプロフェンピコノールのピーク面積より大きくない。
- 11 試験条件
- 12 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「イブ
- 13 プロフェンピコノール軟膏」の定量法の試験条件を準
- 14 用する。
- 15 面積測定範囲：イブプロフェンピコノールの保持時間の
- 16 約2倍の範囲。
- 17 システム適合性
- 18 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
- 19 えて正確に20 mLとする。この液5 µLから得たイ
- 20 ブプロフェンピコノールのピーク面積が、標準溶液の
- 21 イブプロフェンピコノールのピーク面積の3.5～
- 22 6.5%になることを確認する。
- 23 システムの性能：標準溶液5 µLにつき、上記の条件で
- 24 操作するとき、イブプロフェンピコノールのピークの
- 25 理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段
- 26 以上、1.3以下である。
- 27 システムの再現性：標準溶液5 µLにつき、上記の条件
- 28 で試験を6回繰り返すとき、イブプロフェンピコ
- 29 ールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 30 ウサギ抗ナルトグラスチム抗体 「ナルトグラスチム(遺伝子
- 31 組換え)」でウサギを免疫して得た抗血清より調製した抗体
- 32 をpH 8.0のトリス・酢酸緩衝液に溶かし、1 mL中にウサギ
- 33 抗ナルトグラスチム抗体1 mgを含むように調製する。
- 34 -80℃で保存する。
- 35 性能試験 オクタロニー法により試験を行うとき、「ナルト
- 36 グラスチム(遺伝子組換え)」との間に沈降線を生じる。
- 37 たん白質濃度 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により、波長
- 38 280 nmにおける吸光度を測定し、比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ 15を用いて
- 39 たん白質濃度を算出する。
- 40 ウサギ抗ナルトグラスチム抗体試液 ウサギ抗ナルトグラスチ
- 41 ム抗体に1 mL中にウサギ抗ナルトグラスチム抗体0.2 µgを
- 42 含む液となるようにナルトグラスチム試験用ウシ血清アルブ
- 43 ミン試液を加える。用時製する。
- 44 ウシ血清アルブミン試液、ナルトグラスチム試験用 ウシ血清
- 45 アルブミン0.5 g及びポリソルベート20 0.5 mLをリン酸塩緩
- 46 衝塩化ナトリウム試液に溶かし、500 mLとする。
- 47 ウシ血清アルブミン、ゲルろ過分子量マーカー用 ウシ血清よ
- 48 り得られたもの。ゲルろ過クロマトグラフィー用。
- 49 ウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液、0.1
- 50 w/v% ウシ血清アルブミン1.0 gを水10 mLに溶かし、塩化
- 51 ナトリウム8.0 g、塩化カリウム0.2 g、無水リン酸水素二ナ
- 52 トリウム1.15 g及びリン酸二水素カリウム0.2 gを水に溶かし、
- 53 1000 mLとした液に加える。
- 54 ウンベリフェロン、薄層クロマトグラフィー用 C₉H₆O₃ 白
- 55 色～淡褐色の粉末である。メタノール又はエタノール(99.5)
- 56 にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約232℃
- 57 確認試験
- 58 (1) 本品のメタノール溶液(1→300000)につき、紫外可視
- 59 吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、
- 60 波長214～218 nm及び322～326 nmに吸収の極大を示す。
- 61 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
- 62 化カリウム錠剤法により測定するとき、波数3160 cm⁻¹、
- 63 1681 cm⁻¹、1604 cm⁻¹、1323 cm⁻¹、990 cm⁻¹及び903 cm⁻¹付
- 64 近に吸収を認める。
- 65 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール10 mLに溶
- 66 かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノ
- 67 ールを加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液
- 68 及び標準溶液5 µLにつき、「ガイヨウ」の確認試験を準用
- 69 し、試験を行うとき、試料溶液から得たR_f値約0.5の主スポ
- 70 ット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃く
- 71 ない。
- 72 SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用緩衝液 緩衝液、SDS
- 73 ポリアクリルアミドゲル電気泳動用 を見よ。
- 74 エダラボン、定量用 C₁₀H₁₀N₂O [医薬品各条、「エダラボン
- 75 ン」ただし、乾燥したものを定量するとき、エダラボン
- 76 (C₁₀H₁₀N₂O) 99.5%以上を含むもの]
- 77 N-エチルモルホリン C₆H₁₃NO 無色～黄褐色の液体であ
- 78 る。
- 79 屈折率〈2.45〉 n_D^{20} : 1.439～1.443
- 80 比重〈2.56〉 d_4^{20} : 0.908～0.916
- 81 NADHペルオキシダーゼ 本品の1単位はβ-ニコチンアミド
- 82 アデニンジヌクレオチド還元型(β-NADH)と過酸化水素を
- 83 基質にして、pH 8.0、25℃で1分間に1 µmolのβ-NADH
- 84 を消費する酵素量とする。
- 85 NADHペルオキシダーゼ試液 NADHペルオキシダーゼを硫
- 86 酸アンモニウム試液に懸濁し、その活性を1 mL当たり10単
- 87 位とする。
- 88 貯法 0～8℃で保存する。
- 89 NFS-60細胞 レトロウイルス(Cas-Br-M)を感染させた白
- 90 血病マウスより製する。J. N. Ihle等が確立した株(*Proc.*
- 91 *Natl. Acad. Sci. USA*, 1985, 82, 6687)を適切な培地で
- 92 馴化させたものを小分けして-150℃以下に凍結保存する。
- 93 FBS・IMDM イスコフ改変ダルベッコ粉末培地1 L分、カナ
- 94 マイシン硫酸塩(600 µg(力価)以上/mg) 0.1 g、炭酸水素ナト
- 95 リウム3.0 g及び2-メルカプトエタノール溶液(1→10) 36
- 96 µLを水に溶かし1000 mLとした後、ろ過滅菌する。この液
- 97 に、56℃で30分間加温したウシ胎児血清を10 vol%になるよ
- 98 うに加える。
- 99 エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用トリブシン ト
- 100 リブシン、エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用
- 101 を見よ。
- 102 エポエチンアルファ用N-アセチルノイラミン酸 N-アセチ
- 103 ルノイラミン酸、エポエチンアルファ用 を見よ。
- 104 エポエチンアルファ用基質試液 基質試液、エポエチンアルフ
- 105 ャ用 を見よ。
- 106 エポエチンアルファ用試料緩衝液 試料緩衝液、エポエチンアル
- 107 ファ用 を見よ。
- 108 エポエチンアルファ用トリブシン試液 トリブシン試液、エポ

- 1 エチンアルファ用 を見よ。
- 2 エポエチンアルファ用ブロッキング試液 ブロッキング試液。
- 3 エポエチンアルファ用 を見よ。
- 4 エポエチンアルファ用分子量マーカー 分子量マーカー、エポ
- 5 エチンアルファ用 を見よ。
- 6 エポエチンアルファ用ポリアクリルアミドゲル ポリアクリル
- 7 アミドゲル、エポエチンアルファ用 を見よ。
- 8 エポエチンアルファ用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液、エポ
- 9 エチンアルファ用 を見よ。
- 10 エポエチンベータ用トリエチルアミン トリエチルアミン、エ
- 11 ポエチンベータ用 を見よ。
- 12 エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸 トリフルオロ酢酸、エ
- 13 ポエチンベータ用 を見よ。
- 14 エポエチンベータ用ポリソルベート20 ポリソルベート20、
- 15 エポエチンベータ用 を見よ。
- 16 エポエチンベータ用2-メルカプトエタノール 2-メルカプ
- 17 トエタノール、エポエチンベータ用 を見よ。
- 18 エメダスチンフマル酸塩、定量用 $C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$
- 19 [医薬品各条、「エメダスチンフマル酸塩」ただし、乾燥し
- 20 たものは定量するとき、エメダスチンフマル酸塩
- 21 ($C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$) 99.5%以上を含むもの]
- 22 塩化アセチル CH_3COCl 無色澄明の液である。
- 23 オメブラゾール、定量用 $C_{17}H_{19}N_3O_3S$ [医薬品各条、「オ
- 24 メブラゾール」]
- 25 ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン ジメチル
- 26 ポリシロキサン、ガスクロマトグラフィー用 を見よ。
- 27 果糖、薄層クロマトグラフィー用 $C_6H_{12}O_6$ 本品は無色～白
- 28 色の結晶又は結晶性の粉末で、水に極めて溶けやすく、エタ
- 29 ノール(99.5)に溶けにくい、本品は湿気によって潮解する。
- 30 旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20} : -88 \sim -94^\circ$ [1 g、薄めたアンモ
- 31 ニア水(28)(1→1000)、100 mL、100 mm]。ただし、シリカ
- 32 ゲルを乾燥剤として3時間乾燥したもの。
- 33 純度試験 類縁物質 本品2 mgを水/メタノール混液(1:
- 34 1) 1 mLに溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層ク
- 35 ロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液2 μ L
- 36 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄
- 37 層板にスポットする。次に2-プロパノール/水/メタノール
- 38 混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 cm展開した後、薄層
- 39 板を風乾する。これに1,3-ナフタレンジオール試液を均等
- 40 に噴霧し、105℃で10分間加熱するとき、 R_f 値0.6付近の主
- 41 スポット以外のスポットを認めない。
- 42 還元緩衝液、ナルトグラスチム試料用 ラウリル硫酸ナトリウ
- 43 ム溶液(1→10) 0.8 mL、pH 6.8の0.5 mol/Lトリス緩衝液0.5
- 44 mL、グリセリン0.4 mL、2-メルカプトエタノール0.3 mL、
- 45 プロモフェノールブルー溶液(1→200) 0.1 mLを混合する。
- 46 用時製する。
- 47 緩衝液、SDSポリアクリルアミドゲル電気泳動用 2-アミノ
- 48 -2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール3.0 g、グ
- 49 リシン14.4 g及びラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを水に溶かし、
- 50 1000 mLとする。
- 51 緩衝液、酵素消化用 尿素0.30 gを2-アミノ-2-ヒドロキシ
- 52 メチル-1,3-プロパンジオール6.06 gを水に溶かし100 mL
- 53 とした液100 μ L、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-
- 54 プロパンジオール塩酸塩7.88 gを水に溶かし100 mLとした
- 55 液100 μ L、メチルアミン塩酸塩2.70 gを水に溶かし100 mL
- 56 とした液100 μ L、ジチオスレイトール30.9 mgを水1 mLに
- 57 溶かした液50 μ L及び水420 μ Lに溶かす。
- 58 緩衝液、ナルトグラスチム試料用 ラウリル硫酸ナトリウム溶
- 59 液(1→10) 0.8 mL、pH 6.8の0.5 mol/Lトリス緩衝液0.5 mL、
- 60 グリセリン0.4 mL、プロモフェノールブルー溶液(1→200)
- 61 0.1 mLを混合する。用時製する。
- 62 緩衝液、フィルグラスチム試料用 2-アミノ-2-ヒドロキシ
- 63 シメチル-1,3-プロパンジオール1.2 g及びラウリル硫酸ナ
- 64 トリウム3.2 gを水に溶かし、6 mol/L塩酸試液、1 mol/L塩
- 65 酸試液又は0.1 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整した後、
- 66 プロモフェノールブルー32 mg及びグリセリン16 mLを溶か
- 67 し、水を加えて40 mLとする。
- 68 ギ酸エチル $HCOOC_2H_5$ 無色澄明の液で、エタノール(95)
- 69 又はアセトンに混和し、水にやや溶けやすい。
- 70 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25)
- 71 の液膜法により測定するとき、波数2980 cm^{-1} 、2930 cm^{-1} 、
- 72 1718 cm^{-1} 、1470 cm^{-1} 、1449 cm^{-1} 、1387 cm^{-1} 、1302 cm^{-1} 、
- 73 1181 cm^{-1} 、1004 cm^{-1} 、840 cm^{-1} 及び747 cm^{-1} 付近に吸収を
- 74 認める。
- 75 純度試験
- 76 (1) 本品1 μ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー
- 77 (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分
- 78 法により測定し、面積百分率法によりギ酸エチルの量を求め
- 79 るとき、97.0%以上である。
- 80 試験条件
- 81 検出器：熱伝導度検出器
- 82 カラム：内径0.25 mm、長さ30 mのフェーズドシリカ
- 83 管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレング
- 84 リコール20 Mを厚さ0.25 μ mで被覆する。
- 85 カラム温度：50℃を1分間、その後、毎分10℃で150℃
- 86 まで昇温し、150℃を1分間保持する。
- 87 キャリヤーガス：ヘリウム
- 88 流量：41 cm^3 /秒
- 89 スプリット比：1:110
- 90 面積測定範囲：ギ酸エチルの保持時間の約5倍の範囲
- 91 (2) 酸(ギ酸として) ヨウ素酸カリウム0.5 g及びヨウ化カ
- 92 リウム5 gを水50 mLに溶かした液に本品2 gを加える。10分
- 93 間放置した後、デンプン試液2滴及び0.1 mol/Lチオ硫酸ナト
- 94 リウム液1.30 mLを加えるとき、液は無色である(0.3%以下)。
- 95 水分 (2.48) 0.5%以下(1 g、電量滴定法)。
- 96 基質試液、エポエチンアルファ用 4-クロロ-1-ナフトール
- 97 30 mgをメタノール10 mLに溶かし、A液とする。過酸化
- 98 水素(30) 30 μ LとpH 7.5の0.02 mol/Lトリス塩緩衝液50 mL
- 99 を混和し、B液とする。用時、A液とB液を混和する。
- 100 希釈液、粒子計数装置用 血液の希釈用として製したもの。
- 101 キモトリプシノーゲン、ゲルろ過分子量マーカー用 ウシの脾
- 102 臓より得られたもの。ゲルろ過クロマトグラフィー用。
- 103 N-グリコリルノイラミン酸 $C_{11}H_{19}NO_{10}$ 白色針状結晶性
- 104 の粉末である。
- 105 N-グリコリルノイラミン酸試液、0.1 mmol/L N-グリコリ
- 106 ルノイラミン酸約16.5 mgを精密に量り、水に溶かし、正確
- 107 に50 mLとする。この液V mLを正確に量り、水を加えて正
- 108 確に100 mLとする。

- 1 $V(\text{mL})=325.3 \times 0.5/N$ -グリコリルノイラミン酸の秤取
2 量(mg)
- 3 グルコン酸ナトリウム $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NaO}_7$ 白色～微黄褐色の結晶
4 性の粉末である。
5 純度試験 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は
6 無色～微黄色澄明である。
- 7 クロロトリメチルシラン $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$ 無色～ほとんど無色の
8 液で、刺激臭があり、湿った空気中で発煙する。ジエチルエ
9 テルに極めて溶けやすく、水及びエタノールとは反応する。
10 沸点：約58℃
- 11 3-クロロ-1,2-プロパンジオール $\text{C}_3\text{H}_7\text{ClO}_2$ 無色澄明の
12 粘稠な液である。
13 純度試験 本品0.20 gをジエチルエーテル100 mLに溶かし、
14 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、ジエチルエ
15 テルを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶
16 液及び標準溶液5 μL ずつを正確にとり、次の条件でガスク
17 ロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。それぞれの液
18 の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、3-
19 クロロ-1,2-プロパンジオール以外のピークの合計面積は、
20 標準溶液のピーク面積の2倍より大きくない。
- 21 試験条件
22 面積測定範囲以外の試験条件は「イオヘキソール」の純
23 度試験(6)の試験条件を準用する。
24 面積測定範囲：溶媒のピークの後から3-クロロ-1,2-
25 -プロパンジオールの保持時間の約5倍の範囲
26 システム適合性
27 システムの性能及びシステムの再現性は「イオヘキソ
28 ール」の純度試験(6)のシステム適合性を準用する。
29 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、ジエチルエ
30 テルを加えて正確に20 mLとする。この液5 μL
31 から得た3-クロロ-1,2-プロパンジオールのピー
32 ク面積が、標準溶液の3-クロロ-1,2-プロパンジ
33 オールのピーク面積の20～30%になることを確認す
34 る。
- 35 蛍光試液 亜ジチオン酸ナトリウム6.27 gを水に溶かし200
36 mLとした液400 μL 、2-メルカプトエタノール210 μL 、酢
37 酸(100)321 μL 、1,2-ジアミノ-4,5-メチレンジオキシペ
38 ンゼン31.1 mgを水1.0 mLに溶かした液400 μL 及び水2669
39 μL を混和する。用時製する。
- 40 蛍光基質試液 酸化還元指示薬を含む溶液。
41 継代培地、ナルトグラスチム試験用 「ナルトグラスチム(遺
42 伝子組換え)」0.20 mgに対応する量をリン酸塩緩衝塩化ナト
43 リウム試液20 mLに溶かす。この液0.1 mLにナルトグラス
44 チム試験用力価測定培地100 mLを加える。
- 45 ゲルろ過分子量マーカー用ウシ血清アルブミン、ウシ血清ア
46 ルブミン、ゲルろ過分子量マーカー用 を見よ。
47 ゲルろ過分子量マーカー用キモトリプシノーゲン キモトリプ
48 シノーゲン、ゲルろ過分子量マーカー用 を見よ。
49 抗原抗体反応試験用マイクロプレート マイクロプレート、抗
50 原抗体反応試験用 を見よ。
51 酵素消化用緩衝液 緩衝液、酵素消化用 を見よ。
- 52 コハク酸 $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ 無色～白色の結晶性の粉末である。熱水
53 に極めて溶けやすく、水又はエタノール(99.5)にやや溶けや
54 すく、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。
55 融点(2.60) 約185℃
56 強熱残分(2.44) 0.02%以下(1 g)。
57 含量 99.5%以上。定量法 本品約1 gを精密に量り、水
58 50 mLに溶かす。フェノールフタレイン試液5滴を加え、1
59 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。同様の方法で
60 空試験を行い、補正する。
61 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=59.05 mg $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$
- 62 コール酸ナトリウム水和物 $\text{C}_{24}\text{H}_{39}\text{O}_5\text{Na} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 本品は白色
63 の粉末である。
64 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)
65 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数3400 cm^{-1} 、
66 2940 cm^{-1} 、1579 cm^{-1} 、1408 cm^{-1} 及び1082 cm^{-1} 付近に吸収
67 を認める。
68 水分(2.48) 3.5～5.0%(40 mg, 電量滴定法)。
69 含量 換算した脱水物に対し、コール酸ナトリウム
70 ($\text{C}_{24}\text{H}_{39}\text{O}_5\text{Na}$) 99.0%以上。定量法 本品約0.35 gを精密
71 に量り、酢酸(100)60 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴
72 定(2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、
73 補正する。
74 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=43.06 mg $\text{C}_{24}\text{H}_{39}\text{O}_5\text{Na}$
- 75 酢酸塩緩衝液、pH 4.0, 0.05 mol/L 酢酸(100)3.0 mLに水
76 900 mLを加える。水酸化ナトリウム試液を加えてpH 4.0に
77 調整した後、水を加えて1000 mLとする。
78 サーモリシン たん白質1 mg中に50～100単位の活性を有し
79 たもの。
80 由来：Bacillus thermoproteolyticus rokko
81 32D clone3細胞 マウス骨髄由来32D細胞株をG-CSF存在下
82 で培養し、クローニングした株。
83 ジクロフェナクナトリウム $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ [医薬品各条]
84 シクロブタンカルボン酸 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_2$ 無色澄明の液である。凝
85 固点：-7.5℃
86 1,1-シクロブタンジカルボン酸 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_4$ 白色の結晶である。
87 融点(2.60) 159～163℃
88 純度試験 類縁物質 本品20 mgを「カルボプラチン」の純
89 度試験(1)の移動相100 mLに溶かし、試料溶液とする。試料
90 溶液25 μL につき、「カルボプラチン」の純度試験(1)を準用
91 し、試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定
92 し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、1,1-シ
93 クロブタンジカルボン酸以外のピークの合計量は2%以下で
94 ある。ただし、面積測定範囲は溶媒のピークの後から1,1-
95 シクロブタンジカルボン酸の保持時間の約2倍の範囲とする。
96 含量 99.0%以上。定量法 本品約30 mgを精密に量り、
97 水50 mLに溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定
98 (2.50)する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補
99 正する。
- 100 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=7.207 mg $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_4$
- 101 システム適合性試験用試液、フィルグラスチム用 「フィルグ
102 ラスチム(遺伝子組換え)」にチャージアイソマー約2%を含
103 むもの。
104 2,6-ジメチルアニリン $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}$ 澄明な液体である。エタノ

- 1 ール(95)にやや溶けやすく、水にやや溶けにくい。
- 2 比重 d_4^{20} : 約0.98
- 3 ジメチルポリシロキサン, ガスクロマトグラフィー用 ガスク
- 4 ロマトグラフィー用に製造したもの。
- 5 純度試験用アルテミシア・アルギイ アルテミシア・アルギイ,
- 6 純度試験用 を見よ。
- 7 試料緩衝液, エポエチンアルファ用 2-アミノ-2-ヒドロ
- 8 キシメチル-1,3-プロパンジオール1.2 g及びラウリル硫酸
- 9 ナトリウム3.2 gを水に溶かし, 6 mol/L塩酸試液, 1 mol/L
- 10 塩酸試液又は0.1 mol/L塩酸試液を加えてpH 6.8に調整した
- 11 後, プロモフェノールブルー32 mg及びグリセリン16 mLを
- 12 溶かし, 水を加えて40 mLとする。用時, この液10 mLにジ
- 13 チオスレートール50 mgを加えて溶かす。
- 14 水酸化ナトリウム試液, 5 mol/L 水酸化ナトリウム210 gを水
- 15 に溶かし, 1000 mLとする。ポリエチレン瓶に保存する。
- 16 スクロース, 旋光度測定用 $C_{12}H_{22}O_{11}$ [K 8383, スクロー
- 17 ス, 特級]
- 18 スコポレチン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{10}H_{18}O_4$ 白色~
- 19 淡褐色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタ
- 20 ノール(99.5)にやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない。融
- 21 点: 約206°C
- 22 確認試験
- 23 (1) 本品のメタノール溶液(1→250000)につき, 紫外可視
- 24 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき,
- 25 波長226~230 nm, 295~299 nm及び343~347 nmに吸収
- 26 の極大を示す。
- 27 (2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
- 28 化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数3340 cm^{-1} ,
- 29 1702 cm^{-1} , 1566 cm^{-1} , 1436 cm^{-1} 及び923 cm^{-1} 付近に吸収
- 30 を認める。
- 31 純度試験 類縁物質 本品1.0 mgをメタノール10 mLに溶
- 32 かし, 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り, メタノ
- 33 ールを加えて正確に50 mLとし, 標準溶液とする。試料溶液
- 34 及び標準溶液5 μ Lにつき, 「ガイヨウ」の確認試験を準用
- 35 し, 試験を行うとき, 試料溶液から得た R_f 値約0.4の主スポ
- 36 ッド以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃く
- 37 ない。
- 38 スタキオース, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{24}H_{42}O_{21}$ 本品
- 39 は白色の粉末で, 水に極めて溶けやすく, エタノール(99.5)
- 40 にほとんど溶けない。本品は湿気によって潮解する。
- 41 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +144~+154° [脱水物に換算し
- 42 たもの, 50 mg, 薄めたアンモニア水(28)(1→1000), 5 mL,
- 43 100 mm]。
- 44 純度試験 類縁物質 本品2 mgを水/メタノール混液(1:
- 45 1) 1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層ク
- 46 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液2 μ L
- 47 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄
- 48 層板にスポットする。次に2-プロパノール/水/メタノ
- 49 ール混液(3:2:2)を展開溶媒として約7 cm展開した後, 薄層
- 50 板を風乾する。これに1,3-ナフタレンジオール試液を均等
- 51 に噴霧し, 105°Cで10分間加熱するとき, R_f 値0.5付近の主
- 52 スポット以外のスポットを認めない。
- 53 旋光度測定用スクロース スクロース, 旋光度測定用 を見よ。
- 54 洗浄液, ナルトグラスチム試験用 ポリソルベート20 1 mLを
- 55 リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし, 1000 mLとす
- 56 る。
- 57 タルチレリン水和物, 定量用 $C_{17}H_{23}N_7O_5 \cdot 4H_2O$ [医薬品
- 58 各条, 「タルチレリン水和物」ただし, 定量するとき, 換算
- 59 した脱水物に対し, タルチレリン($C_{17}H_{23}N_7O_5$) 99.0%以上
- 60 を含むもの]
- 61 定量用アトラクチレノリドⅢ アトラクチレノリドⅢ, 定量用
- 62 を見よ。
- 63 定量用アトラクチロジン アトラクチロジン, 定量用 を見よ。
- 64 定量用アトラクチロジン試液 アトラクチロジン試液, 定量用
- 65 を見よ。
- 66 定量用アルジオキサ アルジオキサ, 定量用 を見よ。
- 67 定量用一硝酸イソソルビド 一硝酸イソソルビド, 定量用 を
- 68 見よ。
- 69 定量用イブプロフェンピコノール イブプロフェンピコノール,
- 70 定量用 を見よ。
- 71 定量用エダラボン エダラボン, 定量用 を見よ。
- 72 定量用エメダスチンフマル酸塩 エメダスチンフマル酸塩, 定
- 73 量用 を見よ。
- 74 定量用オメブラゾール オメブラゾール, 定量用を見よ。
- 75 定量用タルチレリン水和物 タルチレリン水和物, 定量用 を
- 76 見よ。
- 77 定量用トラニラスト トラニラスト, 定量用 を見よ。
- 78 定量用ニフェジピン ニフェジピン, 定量用 を見よ。
- 79 定量用ピロカルピン塩酸塩 ピロカルピン塩酸塩, 定量用 を
- 80 見よ。
- 81 定量用(E)-フェルラ酸 (E)-フェルラ酸, 定量用を見よ。
- 82 定量用ラフチジン ラフチジン, 定量用 を見よ。
- 83 定量用レボフロキサシン水和物 レボフロキサシン水和物, 定
- 84 量用 を見よ。
- 85 デヒドロコリダリン硝化物, 薄層クロマトグラフィー用
- 86 $C_{22}H_{24}N_2O_7$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノ
- 87 ールにやや溶けにくく, 水又はエタノール(99.5)に溶けにく
- 88 い。融点: 約240°C(分解)。
- 89 純度試験 類縁物質 本品5.0 mgを水/メタノール混液(1:
- 90 1) 1 mLに溶かし, 試料溶液とする。この液0.5 mLを正確に
- 91 量り, 水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に50 mLとし,
- 92 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフィ
- 93 ー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lず
- 94 つを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した
- 95 薄層板にスポットし, 速やかにメタノール/酢酸アンモニウ
- 96 ム溶液(3→10)/酢酸(100)混液(20:1:1)を展開溶媒として
- 97 約10 cm展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線(主
- 98 波長365 nm)を照射するとき, また, 噴霧用ドラーゲンドル
- 99 フ試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット
- 100 以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。
- 101 ドキソルピシン塩酸塩 $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ [医薬品各条]
- 102 トラニラスト, 定量用 $C_{18}H_{17}NO_5$ [医薬品各条, 「トラニ
- 103 ラスト」ただし, 乾燥したものを定量するとき, トラニラス
- 104 ト($C_{18}H_{17}NO_5$) 99.5%以上を含むもの]
- 105 トリエチルアミン, エポエチンベータ用 $(C_2H_5)_3N$ 無色澄
- 106 明の液である。
- 107 比重(2.56) d_4^{20} : 0.724~0.730
- 108 水分(2.48) 0.2%以下。

- 1 トリクロロエチレン C_2HCl_3 [K 8666, 特級]
- 2 トリス塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 7.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール2.4 g及び塩化ナトリウム29.2 gを水に溶かし, 塩酸を加えてpH 7.5に調整した後, 水を加えて1000 mLとする。
- 3
- 4
- 5
- 6 トリス緩衝液, 0.02 mol/L, pH 7.4 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール2.4 gを水800 mLに溶かし, 1 mol/L塩酸試液を加えてpH 7.4に調整した後, 水を加えて1000 mLとする。
- 7
- 8
- 9
- 10 トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.3 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール2.42 gを水に溶かし, 塩酸又は6 mol/L塩酸試液を加えてpH 7.3に調整した後, 水を加えて200 mLとする。
- 11
- 12
- 13
- 14 トリス緩衝液, 0.5 mol/L, pH 8.1 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール12.1 gを水160 mLに溶かし, 1 mol/L塩酸試液を加えてpH 8.1に調整した後, 水を加えて200 mLとする。
- 15
- 16
- 17
- 18 トリス・塩化カルシウム緩衝液, pH 6.5 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール6.1 g及び塩化カルシウム二水和物15 mgを水800 mLに溶かし, 希塩酸を加えてpH 6.5に調整し, 水を加えて1000 mLとする。
- 19
- 20
- 21
- 22 トリス・塩化ナトリウム緩衝液, pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール2.42 g及び塩化ナトリウム1.64 gを水900 mLに溶かし, 希塩酸を加えてpH 8.0に調整し, 水を加えて1000 mLとする。
- 23
- 24
- 25
- 26 トリス・酢酸緩衝液, pH 8.0 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール1.2 gを水800 mLに溶かし, 酢酸(100)を加えてpH 8.0に調整し, 水を加えて1000 mLとする。
- 27
- 28
- 29
- 30 トリフェニルメタン $C_{19}H_{15}$ 白色~微黄色の結晶性の粉末である。
- 31
- 32 融点 <2.60> 93~95°C
- 33 トリブシン, エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用ウシすい臓由来, 25°C, pH 8.2において1分間に1 μ molのp-トルエンスルホン-L-アルギニンメチルエステルを加水分解するのに要する酵素量を1単位とするととき, 本品1 mgは180単位以上を含む。
- 34
- 35
- 36
- 37
- 38 トリブシン試液, エポエチンアルファ用 エポエチンアルファ液体クロマトグラフィー用トリブシン0.5 mgを水2.5 mLに溶かす。
- 39
- 40
- 41 トリプルオロ酢酸, エポエチンベータ用 CF_3COOH 無色澄明の液である。
- 42
- 43 純度試験 本品の50 vol%溶液につき, 紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行うとき, 波長270 nmで0.10以下, 280 nmで0.02以下及び300~400 nmで0.01以下である。
- 44
- 45
- 46 ナファゾリン塩酸塩 $C_{14}H_{14}N_2 \cdot HCl$ [医薬品各条]
- 47 ナルトグラスチム試験用ウシ血清アルブミン試液 ウシ血清アルブミン試液, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 48
- 49 ナルトグラスチム試験用継代培地 継代培地, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 50
- 51 ナルトグラスチム試験用洗浄液 洗浄液, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 52
- 53 ナルトグラスチム試験用ブロッキング試液 ブロッキング試液, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 54
- 55 ナルトグラスチム試験用分子量マーカー 分子量マーカー, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 56
- 57 ナルトグラスチム試験用力価測定培地 力価測定培地, ナルトグラスチム試験用 を見よ。
- 58
- 59 ナルトグラスチム試料用還元緩衝液 還元緩衝液, ナルトグラスチム試料用 を見よ。
- 60
- 61 ナルトグラスチム試料用緩衝液 緩衝液, ナルトグラスチム試料用 を見よ。
- 62
- 63 ナルトグラスチム用ポリアクリルアミドゲル ポリアクリルアミドゲル, ナルトグラスチム用 を見よ。
- 64
- 65 β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型(β -NADH) $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2 \cdot Na_2$ 白色~淡黄色の粉末である。
- 66
- 67 水分 <2.48> 8.0%以下 (0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)。
- 68 吸光度比 本品のpH 7.4のリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき, 紫外可視吸光度測定法 <2.24> で試験を行う。波長260 nm及び340 nmの吸光度を測定し, 波長340 nmの吸光度(A_{340})に対する波長260 nmの吸光度(A_{260})の比 A_{260}/A_{340} を求めるとき2.2~2.4である。
- 69
- 70
- 71
- 72
- 73
- 74 β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型試液 β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド還元型(β -NADH) 0.4 mgをpH 8.0の0.6 mol/L 2,2',2''-ニトリロトリエタノール塩酸塩緩衝液1 mLに溶かす。用時製する。
- 75
- 76
- 77
- 78 二次抗体試液 エポエチンアルファ用ブロッキング試液1.5 mLとアジ化ナトリウム・リン酸塩緩衝液塩化ナトリウム試液13.5 mLを混和し, ビオチン化ウマ抗マウスIgG抗体1滴を加える。
- 79
- 80
- 81
- 82 2,2',2''-ニトリロトリエタノール塩酸塩 $(CH_2CH_2OH)_3N \cdot HCl$ 本品は白色の結晶又は粉末である。
- 83
- 84 純度試験 溶状 本品1 gを水に溶かし, 20 mLとした液は澄明である。
- 85
- 86 含量 98%以上。定量法 本品0.3 gを精密に量り, 水50 mLに溶かし, 薄めた硝酸(1→3) 5 mLを加え, 0.1 mol/L硝酸銀液で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)。
- 87
- 88
- 89 0.1 mol/L硝酸銀液1 mL=18.57 mg $(CH_2CH_2OH)_3N \cdot HCl$
- 90 2,2',2''-ニトリロトリエタノール塩酸塩緩衝液, 0.6 mol/L, pH 8.0 2,2',2''-ニトリロトリエタノール塩酸塩5.57 gを水40 mLに溶かし, 希水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0に調整した後, 水を加えて50 mLとする。
- 91
- 92
- 93
- 94 ニフェジピン, 定量用 $C_{17}H_{18}N_2O_6$ [医薬品各条, 「ニフェジピン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$) 99.0%以上を含み, 次の試験に適合するもの]
- 95
- 96 純度試験 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品25 mgを移動相25 mLに溶かし, 試料溶液とする。試料溶液1 mLを正確に量り, 移動相を加えて正確に10 mLとする。この液2 mLを正確に量り, 移動相を加えて正確に25 mLとし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い, それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のニフェジピン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のニフェジピンのピーク面積より大きくない。
- 97
- 98
- 99
- 100
- 101
- 102
- 103
- 104
- 105
- 106
- 107

1 試験条件

2 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)
 3 カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5
 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 5 化シリカゲルを充填する。
 6 カラム温度：40℃付近の一定温度
 7 移動相：メタノール/薄めた 0.05 mol/L リン酸水素二
 8 ナトリウム試液(1→5)混液(11：9)にリン酸を加えて
 9 pH 6.1 に調整する。
 10 流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 分になるように
 11 調整する。

12 面積測定範囲：溶媒のピークの後からニフェジピンの保
 13 持時間の約 2 倍の範囲

14 システム適合性

15 検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加
 16 えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たニ
 17 フェジピンのピーク面積が、標準溶液のニフェジピ
 18 ンのピーク面積の 18~32% になることを確認する。
 19 システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件
 20 で操作するとき、ニフェジピンのピークの理論段数及
 21 びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.2
 22 以下である。

23 システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条
 24 件で試験を 6 回繰り返すとき、ニフェジピンのピー
 25 ク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

26 尿素・EDTA 試液 尿素 48.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二
 27 ナトリウム二水和物 0.2 g を pH 8.1 の 0.5 mol/L トリス緩衝液
 28 に溶かし、100 mL とする。

29 ニンヒドリン・エタノール試液、噴霧用 ニンヒドリン 1 g を
 30 エタノール(95) 50 mL に溶かす。

31 薄層クロマトグラフィー用果糖 果糖、薄層クロマトグラフィー
 32 用 を見よ。

33 薄層クロマトグラフィー用ウンベリフェロン ウンベリフェロ
 34 ン、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

35 薄層クロマトグラフィー用スコポレチン スコポレチン、薄層
 36 クロマトグラフィー用 を見よ。

37 薄層クロマトグラフィー用スタキオース スタキオース、薄層
 38 クロマトグラフィー用 を見よ。

39 薄層クロマトグラフィー用デヒドロコリダリン硝化物 デヒド
 40 ロリダリン硝化物、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

41 薄層クロマトグラフィー用マンニトリオース マンニトリ
 42 オース、薄層クロマトグラフィー用 を見よ。

43 比較乳濁液 I ホルマジン標準乳濁液 5.0 mL をとり、水 95.0
 44 mL を加える。かき混ぜ、使用前にふり混ぜる。

45 4-ビニルピリジン $\text{C}_7\text{H}_7\text{N}$ うすい黄色~黒褐色の液体であ
 46 る。

47 屈折率 $\langle 2.45 \rangle$ n_D^{20} : 1.5500~1.5530

48 比重 $\langle 2.56 \rangle$ d_4^{20} : 0.9850~0.9880

49 ピロカルピン塩酸塩、定量用 $\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$ [医薬品各
 50 条、「ピロカルピン塩酸塩」ただし、次の試験に適合するも
 51 の]

52 純度試験 類縁物質 本品 40 mg を pH 4.0 のリン酸塩緩衝液
 53 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量
 54 り、pH 4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、

55 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に
 56 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー $\langle 2.01 \rangle$ により試
 57 験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に
 58 より測定するとき、試料溶液のピロカルピンに対する相対保
 59 持時間約 0.78 及び約 0.92 のピーク面積は、標準溶液のピロカ
 60 ルピンのピーク面積の 1/2 より大きくなく、試料溶液のピ
 61 ロカルピン及び上記のピーク以外のピークの面積は、標準溶
 62 液のピロカルピンのピーク面積の 1/5 より大きくない。また、
 63 試料溶液のピロカルピン以外のピークの合計面積は、標
 64 準溶液のピロカルピンのピーク面積より大きくない。

65 試験条件

66 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ピロ
 67 カルピン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

68 面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロカルピンの保
 69 持時間の約 1.3 倍の範囲

70 システム適合性

71 「ピロカルピン塩酸塩」の純度試験のシステム適合性
 72 を準用する。

73 フィルグラスチム試料用緩衝液 緩衝液、フィルグラスチム試
 74 料用 を見よ。

75 フィルグラスチム用イスコフ改変ダルベッコ液体培地 イスコ
 76 フ改変ダルベッコ液体培地、フィルグラスチム用 を見よ。

77 フィルグラスチム用システム適合性試験用試液 システム適合
 78 性試験用試液、フィルグラスチム用 を見よ。

79 フィルグラスチム用ポリアクリルアミドゲル ポリアクリルア
 80 ミドゲル、フィルグラスチム用 を見よ。

81 1,3-フェニレンジアミン塩酸塩 $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$ 白色又は
 82 かすかに帯赤色の結晶性の粉末で、光により赤色又は褐色
 83 となる。

84 確認試験 本品の水溶液(1→6000) 3 mL に亜硝酸ナトリウ
 85 ム溶液(3→20000) 0.5 mL を加えた後、塩酸を 2~3 滴加える
 86 とき、液は黄色を呈する。

87 (E)-フェルラ酸、定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}_4$ (E)-フェルラ酸。た
 88 だし、次の試験に適合するもの。

89 吸光度 $\langle 2.24 \rangle$ $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (320 nm) : 878~969 (5 mg、メタノ
 90 ル、1000 mL)。

91 純度試験 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用
 92 いて行う。本品 5 mg を水/メタノール混液(1：1) 10 mL に
 93 溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/
 94 メタノール混液(1：1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶
 95 液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、
 96 次の条件で液体クロマトグラフィー $\langle 2.01 \rangle$ により試験を行
 97 う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測
 98 定するとき、試料溶液の(E)-フェルラ酸以外のピークの合
 99 計面積は、標準溶液の(E)-フェルラ酸のピーク面積より大
 100 きくない。

101 試験条件

102 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「当帰
 103 芍薬散エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

104 面積測定範囲：溶媒のピークの後から(E)-フェルラ酸
 105 の保持時間の 6 倍の範囲

106 システム適合性

107 検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、水/メタノ
 108 ル混液(1：1)を加えて正確に 20 mL とする。この

- 1 液 10 μL から得た (E)-フェルラ酸のピーク面積が、
2 標準溶液の (E)-フェルラ酸のピーク面積の 3.5~
3 6.5% になることを確認する。
4 システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件
5 で操作するとき、(E)-フェルラ酸のピークの理論段
6 数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、
7 1.5 以下である。
8 システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条
9 件で試験を 6 回繰り返すとき、(E)-フェルラ酸のピ
10 ーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。
- 11 フッ化ナトリウム・塩酸試液 フッ化ナトリウム 0.5 g を 0.5
12 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かす。用時製する。
- 13 ブロッキング試液、エポエチンアルファ用 ウェスタンプロッ
14 ト用。
- 15 ブロッキング試液、ナルトグラスチム試験用 ウシ血清アルブ
16 ミン 1.0 g をリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし、100
17 mL とする。
- 18 プロテック試液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3
19 -プロパンジオール 5.81 g、グリシン 2.93 g 及びラウリル硫
20 酸ナトリウム 0.38 g を水に溶かし、メタノール 200 mL を加
21 えた後、水を加えて 1000 mL とする。
- 22 分子量標準原液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-ブ
23 ロパンジオール 1.2 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 3.2 g を水
24 に溶かし、6 mol/L 塩酸試液、1 mol/L 塩酸試液又は 0.1
25 mol/L 塩酸試液を加え pH 6.8 に調整した後、プロモフェノ
26 ルブルー 32 mg 及びグリセリン 16 mL を溶かし、水を加えて
27 40 mL とする。この液 500 μL にエポエチンアルファ試験用
28 分子量マーカー 100 μL 及び水 1400 μL を加え、100°C で 5 分
29 間加熱したもので、以下の規格に適合するものを用いる。
- 30 確認試験 卵白アルブミン、炭酸脱水酵素、大豆トリプシン
31 インヒビター及びリゾチームを 0.1 mg ずつとり、それぞれ
32 をエポエチンアルファ用試料緩衝液 250 μL に溶かし、水を加
33 えて 1 mL とし、100°C で 5 分間加熱したものを各基準溶液
34 とする。本品及び各基準溶液 10 μL について確認試験に準じ
35 て垂直不連続緩衝液系 SDS-ポリアクリルアミドゲル電気
36 泳動を行い、染色するとき、本品はそれぞれ各基準溶液から
37 得た卵白アルブミン、炭酸脱水酵素、大豆トリプシンインヒ
38 ビター及びリゾチームの泳動帯の相対移動度と一致する。
- 39 分子量マーカー、エポエチンアルファ用 200 μL 中に卵白ア
40 ルブミン、炭酸脱水酵素、大豆トリプシンインヒビター及び
41 リゾチームをそれぞれ約 0.4 mg 含む。
- 42 分子量マーカー、ナルトグラスチム試験用 以下に示すたん白
43 質を含む溶液である。
- 44 卵白アルブミン、炭酸脱水酵素、大豆トリプシンインヒビタ
45 ー、リゾチーム
- 46 噴霧用ニヒドリン・エタノール試液 ニヒドリン・エタノ
47 ール試液、噴霧用を見よ。
- 48 1-ヘキサノール $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$ 無色透明の液である。
49 沸点 156~158°C
50 比重 d_{20}^{20} : 1.415~1.420
- 51 1,1,1,3,3,3-ヘキサメチルジシラザン
52 $(\text{CH}_3)_3\text{SiNHSi}(\text{CH}_3)_3$ 無色~ほとんど無色の液で、ジエチ
53 ルエーテルに極めて溶けやすく、水及びエタノールとは反
54 応する。沸点：約 125°C
- 55 ベミロラストカリウム $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{KN}_6\text{O}$ [医薬品各条]
56 ベルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体 ウサギ免疫グロブリン G
57 を小動物に免疫し、抗血清を得る。この液をウサギ免疫グロ
58 ブリン G 固定化カラムによるアフィニティークロマトグラフ
59 ーで処理し、特異抗体を得る。次に過ヨウ素酸法でベルオ
60 キシダーゼを標識することにより製する。
- 61 ベルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体試液 ウシ血清アルブミン
62 0.10 g をリン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液に溶かし、100 mL
63 とする。この液 15 mL にベルオキシダーゼ標識抗ウサギ抗体
64 5 μL を加える。用時製する。
- 65 ポリアクリルアミドゲル、エポエチンアルファ用 分離ゲルの
66 アクリルアミド濃度を 12.5% としたポリアクリルアミドゲル。
67 ポリアクリルアミドゲル、ナルトグラスチム用 分離ゲルの
68 アクリルアミド濃度を 14% としたポリアクリルアミドゲル。
69 ポリアクリルアミドゲル、フィルグラスチム用 分離ゲルのア
70 クリルアミド濃度を 15% としたポリアクリルアミドゲル。
71 ポリソルベート 20、エポエチンベータ用 黄褐色の澄明~わ
72 ずかな微濁の液である。
73 粘度 <2.53> 300~500 mPa·s
74 酸価 <1.13> 3 以下。
75 けん化価 <1.13> 40~50
76 水酸基価 <1.13> 95~110
77 水分 <2.48> 5.0% 以下。
- 78 ポリビニリデンフロライド膜 ウェスタンプロット用。
- 79 ホルマジン標準乳濁液 ホルマジン乳濁原液 15 mL に水を加え
80 1000 mL とする。調製後 24 時間以内に使用することとし、
81 用時よく振り混ぜて用いる。
- 82 マイクロプレート、抗原抗体反応試験用 ポリスチレン製で抗
83 原抗体反応試験用に製造したもの。
84 性能 免疫グロブリン G の結合能の変動係数は 5% 以下であ
85 り、各ウェルの結合能は平均値の 10% 以内の範囲である。
- 86 マウス抗エポエチンアルファモノクローナル抗体 エポエチン
87 アルファ(遺伝子組換え)の N 末端 20 残基のアミノ酸配列に相
88 当する合成ペプチドをマウスに免疫して得られたモノクロー
89 ナル抗体で、エポエチンアルファ標準物質についてウェスタ
90 ンプロットを行うとき、反応する。
- 91 マンニトリアース、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_{16}$
92 本品は白色の粉末で、水に極めて溶けやすく、エタノール
93 (99.5) にほとんど溶けない。本品は吸湿性である。本品は湿
94 気によって潮解する。
95 旋光度 <2.49> $[\alpha]_D^{20}$: +159~+170° [脱水物に換算し
96 たもの、50 mg、薄めたアンモニア水(28)(1→1000)、5 mL、
97 100 mm]。
98 純度試験 類縁物質 本品 3 mg を水/メタノール混液(1:
99 1) 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層ク
100 ロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液 2 μL
101 を薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄
102 層板にスポットする。次に 2-プロパノール/水/メタノ
103 ール混液(3:2:2)を展開溶媒として約 7 cm 展開した後、薄層
104 板を風乾する。これに 1,3-ナフタレンジオール試液を均等
105 に噴霧し、105°C で 10 分間加熱するとき、 R_f 値 0.4 付近の主
106 スポット以外のスポットを認めない。
- 107 ミオイノシトール $\text{C}_6\text{H}_6(\text{OH})_6$ 白色の結晶又は結晶性の粉末
108 である。

- 1 4-メチルベンゾフェノン $C_{14}H_{12}O$ 白色の結晶である。
- 2 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸試液 酢酸(100)
- 3 50 mLに硫酸1 mL及び4-メトキシベンズアルデヒド0.5
- 4 mLを加え、よく混和する。用時調製する。
- 5 2-メルカプトエタノール、エポエチンベータ用
- 6 $HSCH_2CH_2OH$ 含硫タンパク質研究用に製造されたもの。
- 7 ヨード酢酸 ICH_2COOH 白色〜ほとんど白色の結晶である。
- 8 ラフチジン、定量用 $C_{22}H_{29}N_3O_4S$ [医薬品各条、「ラフチ
- 9 ジン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ラフチジン
- 10 ($C_{22}H_{29}N_3O_4S$) 99.5%以上を含むもの]
- 11 力価測定培地、ナルトグラスチム試験用 RPMI-1640培地
- 12 10.4 gを適量の水に溶かし、炭酸水素ナトリウム溶液(3→
- 13 40) 16 mLを加え、水を加えて1000 mLとした後、二酸化炭
- 14 素を吹き込み、pH 7.0に調整し、ろ過滅菌する。この液90
- 15 mLに56°Cで30分間加温したウシ胎児血清10 mL、ベンジル
- 16 ペニシリンカリウム 1.0×10^6 単位及びストレプトマイシン硫
- 17 酸塩0.1 g(力価)を生理食塩液10 mLに溶かした液1 mL及び
- 18 2-メルカプトエタノール溶液(9→125) 5 μ Lを加えた後、ろ
- 19 過滅菌する。
- 20 リシルエンドペプチダーゼ *Lysobacter enzymogenes*から得
- 21 たプロテアーゼ。pH 7.7、25°Cにおいて1分間に1 μ molのト
- 22 シル-グリシル-プロリル-リジン-4-ニトロアニリド酢
- 23 酸塩を加水分解する酵素量を1単位とすると、本品1 mgは
- 24 約150単位を含む。
- 25 硫酸アンモニウム試液 硫酸アンモニウム39.6 gを水70 mLに
- 26 溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpH 8.0に調整した
- 27 後、水を加えて100 mLとする(3 mol/L)。
- 28 粒子計数装置 溶血剤抵抗性赤血球系細胞の粒子数を測定可能
- 29 な装置。
- 30 粒子計数装置用希釈液 希釈液、粒子計数装置用 を見よ。
- 31 リン酸塩緩衝液、エポエチンアルファ用 リン酸二水素ナトリ
- 32 ウム二水合物0.247 g、リン酸水素二ナトリウム十二水合物
- 33 0.151 g及び塩化ナトリウム8.77 gを水に溶かし、1000 mL
- 34 とする。
- 35 リン酸塩緩衝液、0.02 mol/L、pH 7.5 リン酸二水素カリウム
- 36 2.72 gを水900 mLに溶かし、0.2 mol/L水酸化ナトリウム試
- 37 液を加えてpH 7.5に調整した後、水を加えて1000 mLとす
- 38 る。
- 39 リン酸塩緩衝液、pH 4.0 0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試
- 40 液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 4.0に調整する。
- 41 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液、pH 5.5 0.05
- 42 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液1000 mLに、クエン酸一
- 43 水合物5.25 gを水に溶かして1000 mLとした液を加えてpH
- 44 5.5に調整する。
- 45 レザズリン液 生細胞測定試験用に製造したもの。
- 46 レシチン 本品は微黄色〜黄褐色の粉末又は粒で、特異なにお
- 47 いがある。本品は水で乳化される。本品は吸湿性である。
- 48 レソルシノール・硫酸銅(II)試液 レソルシノール0.1 gを水5
- 49 mLに溶かし、0.1 mol/L硫酸銅(II)溶液125 μ L、塩酸24 mL
- 50 及び水を加えて50 mLとする。使用の4時間前までに調製す
- 51 る。
- 52 レボフロキサシン水和物、定量用 $C_{18}H_{20}FN_3O_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$
- 53 [医薬品各条、「レボフロキサシン水和物」]
- 54 ロサルタンカリウム $C_{22}H_{22}ClKN_6O$ [医薬品各条]

55 9.41 試薬・試液

- 56 一般試験法の部 9.41 試薬・試液の条次の項を削除する。
- 57 ナリンギン二水合物、薄層クロマトグラフィー用
- 58 薄層クロマトグラフィー用ナリンギン二水合物
- 59 ブドウ糖・ペプトン培地、無菌試験用
- 60 無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地
- 61

医薬品各条

第十六改正第一追補日本薬局方(案)

医薬品各条目次

ア		カルボプラチン..... 25
アクチノマイシン D..... 1		カルボプラチン注射液..... 26
アクリノール水和物..... 1		カンデサルタン シレキセチル..... 27
アクリノール・チンク油..... 1		
アザチオプリン錠..... 1	ク	クエチアピソフマル酸塩..... 27
アシクロビル軟膏..... 1		クエチアピソフマル酸塩細粒..... 29
注射用アシクロビル..... 2		クエチアピソフマル酸塩錠..... 30
アズトレオナム..... 2		無水クエン酸..... 31
アゼルニジピン..... 2		クエン酸水和物..... 32
アトルバスタチンカルシウム水和物..... 3		グリメピリド錠..... 32
アミオダロン塩酸塩錠..... 3		クリンダマイシン塩酸塩..... 33
アムロジピンベシル酸塩口腔内崩壊錠..... 4		クロスボピドン..... 33
アルジオキサ..... 5		クロミフェンクエン酸塩..... 35
アルジオキサ顆粒..... 5		クロミフェンクエン酸塩錠..... 35
アルジオキサ錠..... 6		クロルジアゼポキソド錠..... 35
		クロルフェニラミンマレイン酸塩散..... 36
イ		
イオヘキソール..... 7		
イオヘキソール注射液..... 8		コデインリン酸塩散 1%..... 36
イブプロフェンピコノール..... 9		コデインリン酸塩散 10%..... 36
イブプロフェンピコノールクリーム..... 9		コレステミド..... 37
イブプロフェンピコノール軟膏..... 10		コレステミド錠..... 37
エ		コ
エタノール..... 11		
無水エタノール..... 11		
消毒用エタノール..... 11		
エダラボン..... 11		
エダラボン注射液..... 12		
エパルレスタット..... 13		
エパルレスタット錠..... 14		
エフェドリン塩酸塩散 10%..... 15		
エポエチン アルファ(遺伝子組換え)..... 15		
エポエチン ベータ(遺伝子組換え)..... 18		
エメダスチソフマル酸塩..... 20		
エメダスチソフマル酸塩徐放カプセル..... 21		
オ		サ
オメプラゾール腸溶錠..... 22		サルボグレラート塩酸塩..... 38
オーラノフィン..... 23		酸化チタン..... 38
オーラノフィン錠..... 24		
カ		シ
カナマイシン硫酸塩..... 25		ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠..... 38
		ルシスチン..... 39
		ジヒドロコデインリン酸塩散 1%..... 39
		ジヒドロコデインリン酸塩散 10%..... 40
		ジベカシン硫酸塩..... 40
		70%一硝酸イソソルビド乳糖末..... 40
		一硝酸イソソルビド錠..... 42
		ジョサマイシン..... 43
		ジョサマイシンプロピオン酸エステル..... 43
		シンバスタチン錠..... 43
		ス
		ステアリン酸マグネシウム..... 44
		ストレプトマイシン硫酸塩..... 46
		注射用ストレプトマイシン硫酸塩..... 46

(2) 目 次

セ

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン..... 46
セトチアミン塩酸塩水和物..... 47
セファゾリンナトリウム..... 48
セフォペラゾンナトリウム..... 48
セフジトレン ピボキシル細粒..... 48
セフジニル..... 49
セフチブテン水和物..... 49
セフトラム ピボキシル..... 50
セフポドキシム プロキセチル錠..... 50
セラセフェート..... 52

ソ

ソルピデム酒石酸塩..... 52

タ

ダウノルビシン塩酸塩..... 52
タカルシトール水和物..... 53
タカルシトールローション..... 55
タルチレリン水和物..... 55
タルチレリン錠..... 56
タルチレリン口腔内崩壊錠..... 57

テ

コムギデンブ..... 59
コメデンブ..... 59
トウモロコシデンブ..... 59
バレイショデンブ..... 59

ト

ドネペジル塩酸塩..... 59
トラニラスト..... 59
トラニラストカプセル..... 60
トラニラスト細粒..... 61
トラニラスト点眼液..... 62
シロップ用トラニラスト..... 63
トリクロルメチアジド錠..... 64
ドルゾラミド塩酸塩..... 64
ドルゾラミド塩酸塩点眼液..... 66

ナ

ナテグリニド..... 66
ナルトグラスチム(遺伝子組換え)..... 67
注射用ナルトグラスチム(遺伝子組換え)..... 68

ニ

ニフェジピン細粒..... 69

ニフェジピン徐放カプセル..... 70
ニフェジピン腸溶細粒..... 71
無水乳糖..... 72

ノ

ノルエチステロン..... 73

ハ

精製白糖..... 73
バソプレシン注射液..... 74
パラオキシ安息香酸エチル..... 74
パラオキシ安息香酸ブチル..... 75
パラオキシ安息香酸プロピル..... 76
パラオキシ安息香酸メチル..... 77
バルサルタン..... 78
バルサルタン錠..... 79
パルナパリンナトリウム..... 80
パントテン酸カルシウム..... 80

ヒ

ヒソプロロールフマル酸塩錠..... 81
ヒドララジン塩酸塩散..... 83
ヒプロメロース酢酸エステルコハク酸エステル..... 83
ピペラシリンナトリウム..... 85
ピロカルピン塩酸塩錠..... 85

フ

フィルグラスチム(遺伝子組換え)..... 87
フィルグラスチム(遺伝子組換え)注射液..... 89
フェキソフェナジン塩酸塩..... 90
フェキソフェナジン塩酸塩錠..... 90
ブピバカイン塩酸塩水和物..... 91
プラバスタチンナトリウム細粒..... 92
プラバスタチンナトリウム錠..... 93
プロチノラム..... 93

ヘ

ヘパリンカルシウム..... 94
ヘパリンナトリウム..... 95
ヘパリンナトリウム注射液..... 97
ペミロラストカリウム点眼液..... 97
ベンジルアルコール..... 98

ホ

ボグリボース錠..... 98

ミ

ミゾリピン 98

メ

dl-メチルエフェドリン塩酸塩散 10% 98

メフロキン塩酸塩 99

モ

モルヒネ硫酸塩水和物 99

ラ

ラフチジン 100

ラフチジン錠 101

ラベプラゾールナトリウム 102

リ

リボスタマイシン硫酸塩 102

リボフラビン散 102

無水リン酸水素カルシウム 102

リン酸水素カルシウム水和物 103

レ

レセルピン散 0.1% 103

レノグラスチム(遺伝子組換え) 103

レボフロキサシン細粒 106

レボフロキサシン錠 107

レボフロキサシン点眼液 108

ロ

ロサルタンカリウム錠 109

ロベンザリットナトリウム 110

1 アクチノマイシンD

2 旋光度の項を次のように改める。

3 旋光度〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: -293~-329° (乾燥後, 10 mg, メ
4 タノール, 10 mL, 100 mm).

5 アクリノール水和物

6 ケミカル・アブストラクツ・サービス(CAS)登録番号の項を
7 次のように改める。

8 [6402-23-9]

9 アクリノール・チンク油

10 英名の項の次に次を加える。

11 本品は定量するとき、酸化亜鉛(ZnO: 81.38) 44.6~
12 54.4%を含む。

13 製法の項を次のように改める。

14 製法

アクリノール水和物, 微末	10 g
チンク油	990 g
全量	1000 g

15 以上をとり、研和して製する。ただし、「アクリノール水
16 和物」は少量の加温した「精製水」又は「精製水(容器入
17 り)」に溶かした後に混ぜることができる。また、「チンク
18 油」の代わりに「酸化亜鉛」及び植物油適量を用いて製する
19 ことができ、植物油の一部の代わりに「ヒマシ油」又はポリ
20 ソルベート20適量を用いることができる。

21 確認試験の項の次に次を加える。

22 定量法 本品をよく混和し、その約0.8 gを精密に量り、るつ
23 ぽに入れ、徐々に温度を高めて完全に炭化し、次に残留物が
24 黄色となるまで強熱する。冷後、残留物に水1 mL及び塩酸
25 1.5 mLに溶かした後、水を加えて正確に100 mLとする。こ
26 の液20 mLを正確に量り、水80 mLを加え、水酸化ナトリウ
27 ム溶液(1→50)をわずかに沈殿を生じるまで加え、次にpH
28 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5 mLを加えた
29 後、0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
30 液で滴定〈2.50〉する(指示薬: エリオクロムブラックT・塩
31 化ナトリウム指示薬40 mg)。32 0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1
33 mL
34 =4.069 mg ZnO

35 アザチオプリン錠

36 製剤均一性の項の次に次を加える。

37 溶出性〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
38 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は
39 80%以上である。40 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
41 20 mL以上をとり、孔径0.8 μm以下のメンブランフィルタ
42 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
43 正確に量り、1 mL中にアザチオプリン(C₈H₇N₇O₂S)約11 μg
44 を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料
45 溶液とする。別にアザチオプリン標準品を105°Cで5時間乾
46 燥し、その約10 mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100
47 mLとする。この液6 mLを正確に量り、水を加えて正確に
48 50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、
49 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長280
50 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。51 アザチオプリン(C₈H₇N₇O₂S)の表示量に対する溶出率(%)
52 = $M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 108$ 53 M_S: アザチオプリン標準品の秤取量(mg)54 C: 1錠中のアザチオプリン(C₈H₇N₇O₂S)の表示量(mg)

55 アシクロビル軟膏

56 Aciclovir Ointment

57 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
58 アシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃: 225.20)を含む。59 製法 本品は「アシクロビル」をとり、軟膏剤の製法により
60 製する。61 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測
62 定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長254
63 ~258 nmに吸収の極大を示す。64 定量法 本品のアシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃)約10 mgに対応する
65 量を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液25 mLを加え、必
66 要ならば加温し、振り混ぜて溶かし、冷後、水を加えて正確
67 に100 mLとする。この液15 mLを正確に量り、0.1 mol/L塩
68 酸試液を加えて正確に200 mLとし、試料溶液とする。別に
69 アシクロビル標準品(別途「アシクロビル」と同様の方法で
70 水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り、希水酸
71 化ナトリウム試液に溶かし、正確に20 mLとする。この液
72 10 mLを正確に量り、希水酸化ナトリウム試液15 mLを加え
73 た後、水を加えて正確に100 mLとする。この液15 mLを正
74 確に量り、0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に200 mLとし、
75 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L
76 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により
77 試験を行い、波長255 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定す
78 る。79 アシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 1 / 2$ 80 M_S: 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

1 貯法 容器 気密容器。

2 注射用アシクロビル

3 Aciclovir for Injection

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
6 アシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃: 225.20)を含む。

7 製法 本品は「アシクロビル」をとり、注射剤の製法により
8 製する。

9 性状 本品は白色~微黄白色の軽質の塊又は粉末である。

10 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定
11 法<2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長254~
12 258 nmに吸収の極大を示す。

13 pH 別に規定する。

14 純度試験 溶状 本品の「アシクロビル」0.25 gに対応する量
15 を水10 mLに溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液
16 より濃くない。

17 比較液: 色の比較液F 2.5 mLに薄めた希塩酸(1→10)を加
18 えて100 mLとする。

19 水分<2.48> 7.5%以下(0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

20 エンドトキシン<4.01> 0.25 EU/mg未満。

21 製剤均一性<6.02> 質量偏差試験を行うとき、適合する。

22 不溶性異物<6.06> 第2法により試験を行うとき、適合する。

23 不溶性微粒子<6.07> 試験を行うとき、適合する。

24 無菌<4.06> メンブランフィルター法により試験を行うとき、
25 適合する。

26 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
27 アシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃)約0.1 gに対応する量を精密に量り、
28 希水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100 mLとする。
29 この液15 mLを正確に量り、水70 mL及び2 mol/L塩酸試液5
30 mLを加えた後、水を加えて正確に100 mLとする。この液5
31 mLを正確に量り、0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100
32 mLとし、試料溶液とする。別にアシクロビル標準品(別途
33 「アシクロビル」と同様の方法で水分<2.48>を測定してお
34 く)約20 mgを精密に量り、希水酸化ナトリウム試液に溶か
35 し、正確に20 mLとする。この液15 mLを正確に量り、水
36 70 mL及び2 mol/L塩酸試液5 mLを加えた後、水を加えて正
37 確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、0.1 mol/L
38 塩酸試液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試
39 料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L塩酸試液を対照とし、
40 紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験を行い、波長255
41 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

42 アシクロビル(C₈H₁₁N₅O₃)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 5$

43 M_S: 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量(mg)

44 貯法 容器 密封容器。

45 アズトレオナム

46 純度試験の項を次のように改める。

47 純度試験

48 (1) 溶状 本品1.0 gをジメチルスルホキシド20 mLに溶
49 かすとき、液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度
50 測定法<2.24>により試験を行うとき、波長420 nmにおける
51 吸光度は0.06以下である。

52 (2) 重金属<1.07> 本品2.0 gをとり、第2法により操作
53 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
54 ppm以下)。

55 (3) 類縁物質 本品40 mgを水100 mLに溶かし、試料溶
56 液とする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に
57 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25
58 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
59 <2.01>により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面
60 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアズトレオ
61 ナム以外のピークの面積は、標準溶液のアズトレオナムのピ
62 ーク面積より大きくない。また、試料溶液のアズトレオナム
63 以外のピークの合計面積は、標準溶液のアズトレオナムのピ
64 ーク面積の2.5倍より大きくない。

試験条件

65 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
66 件を準用する。

67 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

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

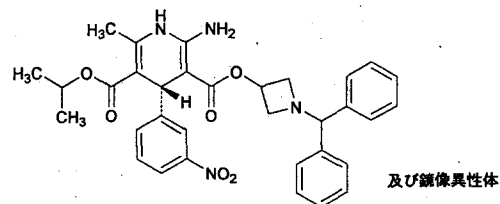
システム適合性

70 検出の確認: 標準溶液5 mLに水を加えて10 mLとし、
71 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試
72 験用溶液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に10
73 mLとする。この液25 μLから得たアズトレオナムの
74 ピーク面積が、システム適合性試験用溶液のアズトレ
75 オナムのピーク面積の7~13%になることを確認する。
76 システムの性能: 定量法で得た標準溶液25 μLにつき、
77 上記の条件で操作するとき、内標準物質、アズトレオ
78 ナムの順に溶出し、その分離度は4以上である。

79 システムの再現性: 標準溶液25 μLにつき、上記の条件
80 で試験を6回繰り返すとき、アズトレオナムのピーク
81 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
82
83

84 アゼルニジピン

85 Azelnidipine



87 C₃₃H₃₄N₄O₆: 582.65

88 3-[1-(Diphenylmethyl)azetidin-3-yl] 5-(1-methylethyl)

89 (4R)-2-amino-6-methyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-
90 3,5-dicarboxylate

91 [123524-52-7]

- 1 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アゼルニジ
2 ピン(C₃₃H₃₄N₄O₆) 99.0~101.0%を含む。
3 性状 本品は淡黄色~黄色の結晶性の粉末又は塊を含む粉末で
4 ある。
5 本品はエタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく、水に
6 ほとんど溶けない。
7 本品のエタノール(99.5)溶液(1→100)は旋光性を示さない。
8 本品は結晶多形が認められる。

9 確認試験

- 10 (1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→50000)につき、紫外
11 可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、
12 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、
13 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を
14 認める。
15 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ
16 ースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照
17 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の
18 ところに同様の強度の吸収を認める。

19 純度試験

- 20 (1) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、第2法により操作
21 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10
22 ppm以下)。
23 (2) 類縁物質 本品0.10 gをアセトニトリル/水混液(4:
24 1)に溶かし、100 mLとし、試料溶液とする。この液2 mLを
25 正確に量り、アセトニトリル/水混液(4:1)を加えて正確に
26 200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
27 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
28 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積
29 を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアゼルニジピ
30 ンに対する相対保持時間約0.50及び約1.42のピーク面積は、
31 それぞれ標準溶液のアゼルニジピンのピーク面積の1/5及
32 び3/10より大きくなく、試料溶液のアゼルニジピンに対す
33 る相対保持時間約0.50及び約1.42以外のピーク面積は、標
34 準溶液のアゼルニジピンのピーク面積の1/10より大きくない。
35 また、試料溶液のアゼルニジピン以外のピークの合計面
36 積は、標準溶液のアゼルニジピンのピーク面積の7/10より
37 大きくない。

38 試験条件

- 39 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)
40 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
41 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
42 化シリカゲルを充填する。
43 カラム温度：40℃付近の一定温度
44 移動相：リン酸二水素カリウム1.05 gを水350 mLに溶
45 かし、アセトニトリル/メタノール混液(7:3) 650
46 mLを加え、薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 5.5に調
47 整する。
48 流量：アゼルニジピンの保持時間が約36分になるよう
49 に調整する。
50 面積測定範囲：溶媒のピークの後からアゼルニジピンの
51 保持時間の約2倍の範囲
52 システム適合性
53 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、アセトニ
54 リル/水混液(4:1)を加えて正確に20 mLとする。こ

- 55 の液10 μLから得たアゼルニジピンのピーク面積が、
56 標準溶液のアゼルニジピンのピーク面積の3.5~6.5%
57 になることを確認する。
58 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
59 操作するとき、アゼルニジピンのピークの理論段数及
60 びシンメトリー係数は、それぞれ15000段以上、0.8
61 ~1.5である。
62 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
63 で試験を6回繰り返すとき、アゼルニジピンのピーク
64 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
65 (3) 残留溶媒 別に規定する。
66 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g、減圧、70℃、5時間)。
67 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1g)。
68 定量法 本品約0.4 gを精密に量り、酢酸(100) 50 mLに溶かし
69 た後、0.1 mol/L過塩素酸で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。
70 同様の方法で空試験を行い、補正する。
71 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=29.13 mg C₃₃H₃₄N₄O₆
72 貯法 容器 気密容器。

73 アトルバスタチンカルシウム水和物

- 74 性状の項を次のように改める。

- 75 性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。
76 本品はメタノールに極めて溶けやすく、ジメチルスルホキ
77 シドに溶けやすく、水又はエタノール(99.5)に極めて溶けに
78 くい。
79 本品は光によって徐々に黄白色となる。
80 本品は結晶多形が認められる。

81 アミオダロン塩酸塩錠

- 82 溶出性の項を次のように改める。

- 83 溶出性(6.10) 試験液にpH 4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝
84 液900 mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行
85 うとき、本品の30分間の溶出率は80%以上である。
86 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
87 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
88 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
89 正確に量り、メタノールV mLを正確に加え、1 mL中にア
90 ミオダロン塩酸塩(C₂₅H₂₉I₂NO₃·HCl)約11 μgを含む液とな
91 るように試験液/メタノール混液(1:1)を加えて正確にV
92 mLとし、試料溶液とする。別に定量用アミオダロン塩酸塩
93 を50℃で4時間減圧(0.3 kPa以下)乾燥し、その約28 mgを精
94 密に量り、メタノールに溶かし、正確に50 mLとする。この
95 液2 mLを正確に量り、試験液2 mLを正確に加えた後、試験
96 液/メタノール混液(1:1)を加えて正確に100 mLとし、標
97 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液/メタ
98 ノール混液(1:1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法
99 (2.24)により試験を行い、波長241 nmにおける吸光度A_T及

- 1 A_5 を測定する。
 2 アミオダロン塩酸塩($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する
 3 溶出率(%)
 4
$$= M_5 \times A_T / A_5 \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

 5 M_5 : 定量用アミオダロン塩酸塩の秤取量(mg)
 6 C : 1錠中のアミオダロン塩酸塩($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)の表
 7 示量(mg)

8 アムロジピンベシル酸塩口腔内崩壊錠

9 Amlodipine Besilate Orally Disintegrating Tablets

- 10 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
 11 アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$:
 12 567.05)を含む。
 13 製法 本品は「アムロジピンベシル酸塩」をとり、錠剤の製法
 14 により製する。
 15 確認試験 本品を粉末とし、「アムロジピンベシル酸塩」7
 16 mgに対応する量を取り、0.01 mol/L塩酸・メタノール試液
 17 200 mLを加え、超音波処理した後、ろ過する。ろ液につき、
 18 紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定
 19 するとき、波長358~362 nmに吸収の極大を示す。
 20 純度試験 類似物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。こ
 21 の液1 mLを正確に量り、メタノール/移動相A混液(3:2)を
 22 加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
 23 標準溶液30 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
 24 グラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々
 25 のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の
 26 アムロジピンに対する相対保持時間約0.45のピーク面積は、
 27 標準溶液のアムロジピンのピーク面積より大きくなく、相対
 28 保持時間約4.5のピーク面積は、標準溶液のアムロジピンの
 29 ピーク面積の1.8倍より大きくなく、相対保持時間約0.16及
 30 び上記以外のピーク面積は、標準溶液のアムロジピンのピ
 31 ーク面積の2/5より大きくない。また、試料溶液のアムロ
 32 ジピン及びアムロジピンに対する相対保持時間約0.16以外の
 33 ピークの合計面積は、標準溶液のアムロジピンのピーク面積
 34 の2.8倍より大きくない。ただし、アムロジピンに対する相
 35 対保持時間約0.45及び約4.5のピーク面積は、自動分析法で
 36 求めた面積にそれぞれ感度係数2.0及び1.9を乗じた値とする。
 37 試験条件

38 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 237 nm)

39 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 40 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 41 化シリカゲルを充填する。

42 カラム温度: 25°C付近の一定温度

43 移動相A: リン酸二水素カリウム4.1 gを水1000 mLに溶
 44 かしした液に、リン酸水素ナトリウム十二水合物5.4
 45 gを水500 mLに溶かしした液を加えてpH 6.0に調整す
 46 る。この液500 mLにメタノール500 mLを加える。

47 移動相B: リン酸二水素カリウム4.1 gを水1000 mLに溶
 48 かしした液に、リン酸水素ナトリウム十二水合物5.4
 49 gを水500 mLに溶かしした液を加えてpH 6.0に調整す

- 50 る。この液50 mLにメタノール950 mLを加える。
 51 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 52 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0~10	80	20
10~35	80→0	20→100
35~50	0	100

- 53 流量: アムロジピンの保持時間が約10分になるように
 54 調整する。

- 55 面積測定範囲: アムロジピンの保持時間の約5倍の範囲
 56 システム適合性

- 57 検出の確認: 標準溶液10 mLを正確に量り、メタノール
 58 /移動相A混液(3:2)を加えて正確に50 mLとする。
 59 この液30 μ Lから得たアムロジピンのピーク面積が、
 60 標準溶液のアムロジピンのピーク面積の14~26%に
 61 なることを確認する。

- 62 システムの性能: 標準溶液30 μ Lにつき、上記の条件で
 63 操作するとき、アムロジピンのピークの理論段数及び
 64 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下
 65 である。

- 66 システムの再現性: 標準溶液30 μ Lにつき、上記の条件
 67 で試験を6回繰り返すとき、アムロジピンのピーク面
 68 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

- 69 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
 70 き、適合する。

- 71 本品1個をとり、移動相/メタノール混液(1:1) 4V/5
 72 mLを加え、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、
 73 1 mL中にアムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot$
 74 $C_6H_6O_3S$)約0.14 mgを含む液となるように移動相/メタノ
 75 ール混液(1:1)を加えて正確にV mLとする。この液を遠
 76 心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用す
 77 る。

- 78 アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$)の量
 79 (mg)

$$= M_5 \times A_T / A_5 \times V \times 1 / 250$$

- 81 M_5 : 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の
 82 秤取量(mg)

- 83 崩壊性 別に規定する。

- 84 溶出性 別に規定する。

- 85 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
 86 とする。アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$)
 87 約7 mgに対応する量を精密に量り、移動相/メタノール混
 88 液(1:1) 40 mLを加え、超音波処理により粒子を小さく分
 89 散させた後、移動相/メタノール混液(1:1)を加えて正確に
 90 50 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とす
 91 る。別にアムロジピンベシル酸塩標準品(別途「アムロジ
 92 ピンベシル酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)
 93 約35 mgを精密に量り、移動相/メタノール混液(1:1) 150
 94 mLを加えて超音波処理により溶解させた後、移動相/メタ
 95 ノール混液(1:1)を加えて正確に250 mLとし、標準溶液と
 96 する。試料溶液及び標準溶液30 μ Lずつを正確にとり、次の

1 条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、
2 それぞれの液のアムロジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定
3 する。

4 アムロジピンベシル酸塩($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$)の量
5 (mg)

$$6 = M_S \times A_T / A_S \times 1/5$$

7 M_S : 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の
8 秤取量(mg)

9 試験条件

10 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 237 nm)

11 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
12 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
13 化シリカゲルを充填する。

14 カラム温度: 25°C付近の一定温度

15 移動相: リン酸二水素カリウム4.1 gを水1000 mLに溶
16 かしした液に, リン酸水素二ナトリウム十二水和物5.4
17 gを水500 mLに溶かしした液を加えてpH 6.0に調整す
18 る。この液400 mLにメタノール600 mLを加える。

19 流量: アムロジピンの保持時間が約10分になるように
20 調整する。

21 システム適合性

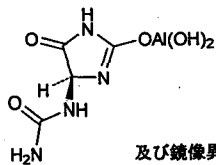
22 システムの性能: 標準溶液30 μ Lにつき, 上記の条件で
23 操作するとき, アムロジピンのピークの理論段数及び
24 シンメトリー係数は, それぞれ3000段以上, 2.0以下
25 である。

26 システムの再現性: 標準溶液30 μ Lにつき, 上記の条件
27 で試験を6回繰り返すとき, アムロジピンのピーク面
28 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

29 貯法 容器 気密容器。

30 アルジオキサ

31 構造式の項, 化学名の項, 性状の項, 確認試験の項(1)の目
32 及び純度試験の項を次のように改める。



33 及び鏡像異性体

34 Dihydroxo[(4R)-5-oxo-4-ureido-4,5-dihydro-1H-imidazol-
35 2-yl]oxoaluminium

36 性状 本品は白色の粉末である。

37 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

38 本品は希塩酸に溶ける。

39 本品のフッ化ナトリウム・塩酸試液溶液(1→100)は旋光性
40 を示さない。

41 融点: 約230°C(分解)。

42 確認試験

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

47 純度試験

48 (1) 塩化物〈1.03〉 本品0.10 gに希硝酸6 mLを加え, 振
49 り混ぜながら5分間煮沸して溶かし, 冷後, 水を加えて50
50 mLとする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には0.01
51 mol/L塩酸0.40 mLを加える(0.142%以下)。

52 (2) 重金属〈1.07〉 本品1.0 gに塩酸3 mL及び水3 mLを
53 加え, 振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後, 水
54 浴上で蒸発乾固する。残留物に水30 mLを加え, 加温して振
55 り混ぜ, 冷後, ろ過し, ろ液に希酢酸2 mL及び水を加えて
56 50 mLとする。これを検液とし, 試験を行う。比較液は塩酸
57 3 mLを蒸発乾固し, 鉛標準液2.0 mL, 希酢酸2 mL及び水
58 を加えて50 mLとする(20 ppm以下)。

59 アルジオキサ顆粒

60 Aldioxa Granules

61 ジヒドロキシアリミニウムアラントイナート顆粒

62 本品は定量するとき, 表示量の95.0~105.0%に対応する
63 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$; 218.10)を含む。

64 製法 本品は「アルジオキサ」をとり, 顆粒剤の製法により製
65 する。

66 確認試験

67 (1) 定量法で得た試料溶液につき, 紫外可視吸光度測定法
68 〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき, 波長221~
69 225 nmに吸収の極大を示す。

70 (2) 本品を粉末とし, 「アルジオキサ」0.2 gに対応する
71 量を取り, 希塩酸10 mLを加えて5分間煮沸し, ろ過する。
72 冷却したろ液はアルミニウム塩の定性反応〈1.09〉を呈する。
73 製剤均一性〈6.02〉 分包品は, 次の方法により含量均一性試
74 験を行うとき, 適合する。

75 本品1包をとり, 内容物の全量を取り出し, フッ化ナトリ
76 ウム: 塩酸試液80 mLを加え, 20分間振り混ぜた後, フッ
77 化ナトリウム・塩酸試液を加え, 正確に100 mLとし, ろ過
78 する。ろ液 V mLを正確に量り, 1 mL中にアルジオキサ
79 ($C_4H_7AlN_4O_5$)約20 μ gを含む液となるように薄めたpH 10.0
80 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(1→10)を加えて正
81 確に V' mLとし, 試料溶液とする。以下定量法を準用する。

82 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の量(mg)

$$83 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/25$$

84 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

85 溶出性〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い, パドル法により,
86 毎分50回転で試験を行うとき, 本品の15分間の溶出率は
87 85%以上である。

88 本品のアルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)約0.1 gに対応する量を
89 精密に量り, 試験を開始し, 規定された時間に溶出液20 mL
90 以上をとり, 孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ

1 過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液10 mLを正確に
2 量り、薄めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝
3 液(1→10)を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別
4 に定量用アルジオキサを105℃で2時間乾燥し、その約28
5 mgを精密に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試液に溶かし、
6 正確に25 mLとする。この液1 mLを正確に量り、薄めたpH
7 10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(1→10)を加え
8 て正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
9 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、
10 波長223 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

11 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$12 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$$

13 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

14 M_T : 本品の秤取量(g)

15 C : 1 g中のアルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の表示量(mg)

16 定量法 本品を粉末とし、アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)約0.1 g
17 に対応する量を精密に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試液
18 80 mLを加え、20分間振り混ぜた後、フッ化ナトリウム・
19 塩酸試液を加え、正確に100 mLとし、ろ過する。ろ液2 mL
20 を正確に量り、薄めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニ
21 ウム緩衝液(1→10)を加えて正確に100 mLとし、試料溶液と
22 する。別に定量用アルジオキサを105℃で2時間乾燥し、そ
23 の約50 mgを精密に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試液に溶
24 かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、薄
25 めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(1→10)
26 を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
27 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試
28 験を行い、波長223 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

29 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

30 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

31 貯法 容器 気密容器。

32 アルジオキサ錠

33 Aldioxa Tablets

34 ジヒドロキシアリミニウムアラントイナート錠

35 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
36 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$: 218.10)を含む。

37 製法 本品は「アルジオキサ」をとり、錠剤の製法により製す
38 る。

39 確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定
40 法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長221～
41 225 nmに吸収の極大を示す。

42 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
43 き、適合する。

44 本品1個をとり、フッ化ナトリウム・塩酸試液80 mLを加
45 え、20分間振り混ぜた後、フッ化ナトリウム・塩酸試液を
46 加え、正確に100 mLとし、ろ過する。ろ液 V mLを正確に
47 量り、1 mL中にアルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)約20 μ gを含む

48 液となるように薄めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニ
49 ウム緩衝液(1→10)を加えて正確に V' mLとし、試料溶液と
50 する。以下定量法を準用する。

51 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の量(mg)

$$52 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 25$$

53 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

54 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
55 毎分50回転で試験を行うとき、50 mg錠の15分間の溶出率
56 は80%以上であり、100 mg錠の30分間の溶出率は70%以上
57 である。

58 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
59 20 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルタ
60 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液 V mLを
61 正確に量り、1 mL中にアルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)約22 μ g
62 を含む液となるように薄めたpH 10.0のアンモニア・塩化ア
63 ンモニウム緩衝液(1→10)を加えて正確に V' mLとし、試料
64 溶液とする。別に定量用アルジオキサを105℃で2時間乾燥
65 し、その約28 mgを精密に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試
66 液に溶かし、正確に25 mLとする。この液1 mLを正確に量
67 り、薄めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液
68 (1→10)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料
69 溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に
70 より試験を行い、波長223 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測
71 定する。

72 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$73 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72$$

74 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

75 C : 1錠中のアルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の表示量(mg)

76 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
77 とする。アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)約0.1 gに対応する量を
78 精密に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試液80 mLを加え、
79 20分間振り混ぜた後、フッ化ナトリウム・塩酸試液を加え、
80 正確に100 mLとし、ろ過する。ろ液2 mLを正確に量り、薄
81 めたpH 10.0のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(1→10)
82 を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用
83 アルジオキサを105℃で2時間乾燥し、その約50 mgを精密
84 に量り、フッ化ナトリウム・塩酸試液に溶かし、正確に100
85 mLとする。この液4 mLを正確に量り、薄めたpH 10.0のア
86 ンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(1→10)を加えて正確に
87 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ
88 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長
89 223 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

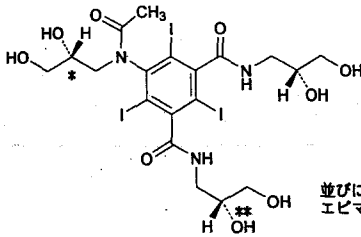
90 アルジオキサ($C_4H_7AlN_4O_5$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

91 M_S : 定量用アルジオキサの秤取量(mg)

92 貯法 容器 気密容器。

1 イオヘキソール

2 Iohexol



並びにそのC*位及びC**位の
エピマー並びに鏡像異性体

3

4 $C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$: 821.145 5-{Acetyl[(2*RS*)-2,3-dihydroxypropyl]amino}-*N,N'*-bis[(2*RS*)-
6 2,3-dihydroxypropyl]-2,4,6-triiodobenzene-1,3-dicarboxamide7 5-{Acetyl[(2*RS*)-2,3-dihydroxypropyl]amino}-*N'*[(2*RS*)-
8 2,3-dihydroxypropyl]-*N*'[(2*SR*)-2,3-dihydroxypropyl]-
9 2,4,6-triiodobenzene-1,3-dicarboxamide10 5-{Acetyl[(2*RS*)-2,3-dihydroxypropyl]amino}-*N,N'*-bis[(2*SR*)-
11 2,3-dihydroxypropyl]-2,4,6-triiodobenzene-1,3-dicarboxamide

12 [66108-95-0]

13 本品はイオヘキソールのエンド体及びエキソ体の混合物で
14 ある。15 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イオヘキソ
16 ール($C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$) 98.5~101.0%を含む。

17 性状 本品は白色の粉末である。

18 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、
19 エタノール(99.5)にやや溶けにくい。

20 本品は水酸化ナトリウム溶液(1→20)に溶ける。

21 本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

22 確認試験

23 (1) 本品の水溶液(13→1000000)につき、紫外可視吸光度
24 測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペ
25 クトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペ
26 クトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。27 (2) 本品を105℃で6時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測
28 定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品
29 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者
30 のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認め
31 る。32 (3) 本品0.1 gをメタノール10 mLに溶かし、試料溶液と
33 する。試料溶液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)に
34 より試験を行う。試料溶液10 μLを薄層クロマトグラフィー
35 用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポッ
36 トする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(50 : 25 :
37 11)を展開溶媒として約12 cm展開した後、薄層板を風乾す
38 る。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶
39 液から得た主スポットは2個であり、それぞれの R_f 値は約
40 0.2及び約0.3である。

41 純度試験

42 (1) 溶状 本品1.0 gを水5 mLに溶かすとき、液は無色澄
43 明である。44 (2) 芳香族第一アミン 本操作は遮光した容器を用いて行
45 う。本品0.20 gをとり、水15 mLに溶かし、5分間水冷した46 後、6 mol/L塩酸試液1.5 mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→
47 50) 1 mLを加えて振り混ぜ、4分間水冷する。この液にアミ
48 ド硫酸(標準試薬)溶液(1→25) 1 mLを加えて振り混ぜ、1分
49 間水冷した後、*N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩
50 0.3 gを薄めたプロピレングリコール(7→10)に溶かして100
51 mLとした液0.5 mL及び水を加えて正確に25 mLとする。こ
52 の液につき、水15 mLを用いて同様に操作して得た液を対照
53 とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により20分以内に試験
54 を行うとき、波長495 nmにおける吸光度は0.21以下である。
55 (3) 塩化物(1.03) 本品2.0 gをとり、試験を行う。比較
56 液には0.01 mol/L塩酸0.40 mLを加える(0.007%以下)。57 (4) ヨウ素及びヨウ化物 本品1.0 gを水4 mLに溶かし、
58 希硫酸1 mLを加え、時々振り混ぜながら10分間放置する。
59 クロロホルム5 mLを加えてよく振り混ぜ、放置するとき、
60 クロロホルム層は無色である。次に亜硝酸ナトリウム溶液(1
61 →50) 1 mLを加えて振り混ぜ、放置した後、クロロホルム層
62 を分取し、水4 mLを用いて同様に操作して得たクロロホル
63 ム層を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験
64 を行うとき、波長510 nmにおける吸光度は、次の比較液よ
65 り得たクロロホルム層の吸光度より大きくない。66 比較液：ヨウ化カリウム0.131 gを正確に量り、水に溶か
67 し、正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、
68 水を加えて正確に100 mLとする。この液3 mLを正確に
69 量り、水1 mL及び希硫酸1 mLを加え、以下同様に操作
70 する。71 (5) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第1法により操作
72 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
73 ppm以下)。74 (6) 3-クロロ-1,2-プロパンジオール 本品1.0 gを正
75 確に量り、ジエチルエーテル2 mLを正確に加え、冷却しな
76 がら10分間超音波処理する。この液を遠心分離し、ジエチ
77 ルエーテル層を試料溶液とする。別に3-クロロ-1,2-プロ
78 パンジオール0.50 gを正確に量り、ジエチルエーテルに溶か
79 し、正確に50 mLとする。この液1 mLを正確に量り、ジエ
80 チルエーテルを加えて正確に100 mLとする。さらにこの液
81 5 mLを正確に量り、ジエチルエーテルを加えて正確に25
82 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μLずつ
83 を正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)
84 により試験を行う。それぞれの液の3-クロロ-1,2-プロパ
85 ンジオールのピーク面積 A_1 及び A_2 を測定するとき、 A_1/A_2
86 の2.5倍より大きくない。

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.25 mm、長さ30 mのフェーズドシリカ
管の内面にガスクロマトグラフィー用5%ジフェニ
ル・95%ジメチルポリシロキサンを厚さ0.25 μmで被
覆する。

カラム温度：70℃付近の一定温度

注入口温度及び検出器温度：230℃付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：3-クロロ-1,2-プロパンジオールの保持時間が
約7分になるように調整する。

スプリット比：1 : 40

システム適合性

システムの性能：3-クロロ-1,2-プロパンジオールのジェチルエーテル溶液(1→200) 1 mL及び1-ヘキサノールのジェチルエーテル溶液(1→800) 1 mLにジェチルエーテルを加えて200 mLとする。この液5 µLにつき、上記の条件で操作するとき、1-ヘキサノール、3-クロロ-1,2-プロパンジオールの順に流出し、その分離度は20以上である。

システムの再現性：標準溶液5 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、3-クロロ-1,2-プロパンジオールのピーク面積の相対標準偏差は15%以下である。

(7) 類縁物質

(i) 本品1.0 gをメタノール10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に25 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/2-プロパノール/アンモニア水(28)/メタノール混液(10:7:4:4)を展開溶媒として約14 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち、標準溶液から得たスポットに対する相対 R_f 値1.4のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(ii) 本品0.15 gを水に溶かし、100 mLとし、試料溶液とする。試料溶液10 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、イオヘキソールの2つの主ピークのうち、保持時間の大きいピークに対する相対保持時間1.2~1.5の α -アルキル体のピークの合計量は0.6%以下であり、イオヘキソールのピークの後に溶出する α -アルキル体以外のピークの面積はそれぞれ0.1%以下である。また、イオヘキソールのピークの後に溶出する α -アルキル体以外のピークの合計量は0.3%以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

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

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：アセトニトリル

移動相B：水

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0~ 1	1	99
1~ 46	1→ 10	99→ 90

流量：保持時間18分付近に近接して現れる2つのピークのうち、後に溶出するイオヘキソールのエキソ体のピークの保持時間が約19分になるように調整する。

面積測定範囲：イオヘキソールのエキソ体の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLに水を加えて50 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとする。この液10 µLから得たイオヘキソールのエキソ体のピーク面積が、システム適合性試験用溶液のイオヘキソールのエキソ体のピーク面積の3.5~6.5%になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、保持時間18分付近に近接して現れる2つのピークの間隔は1.5以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 µLにつき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、イオヘキソールのエキソ体のピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

(8) 残留溶媒 別に規定する。

水分〈2.48〉 4.0%以下(0.3 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

定量法 本品約0.5 gを精密に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→20) 25 mLに溶かし、亜鉛粉末0.5 gを加え、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水200 mLで洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸(100) 5 mLを加え、0.1 mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：テトラプロモフェノールフタレインエチルエステル試液1 mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色が緑色になるときとする。

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL=27.37 mg $C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$

貯法 容器 気密容器。

イオヘキソール注射液

Iohexol Injection

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応するイオヘキソール($C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$: 821.14)を含む。

製法 本品は「イオヘキソール」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色透明の液である。

確認試験 本品の「イオヘキソール」0.65 gに対応する容量をとり、水を加えて500 mLとする。この液1 mLに水を加えて100 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長243~247 nmに吸収の極大を示す。

pH 別に規定する。

純度試験

(1) 芳香族第一アミン 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品の「イオヘキソール」0.20 gに対応する容量をとり、水15 mLを加え、5分間水冷した後、6 mol/L塩酸試液1.5

1 mL及び用時製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→50) 1 mLを加えて振り混ぜ、4分間水冷する。以下「イオヘキソール」の純度試験(2)を準用する。ただし、吸光度は0.23以下である。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の「イオヘキソール」1.0 gに対応する容量をとり、水4 mLを加え、更に希硫酸1 mLを加え、時々振り混ぜながら10分間放置する。以下「イオヘキソール」の純度試験(4)を準用する。ただし、吸光度は0.14以下である。

エンドトキシン <4.01> 0.47 EU/mL未満。

採取容量 <6.05> 試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 <6.06> 第1法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 <6.07> 試験を行うとき、適合する。

無菌 <4.06> メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

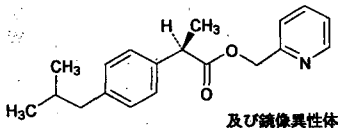
定量法 本品のイオヘキソール(C₁₉H₂₃N₃O₂)約1.5 gに対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に25 mLとする。この液10 mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→20) 25 mL及び亜鉛粉末0.5 gを加え、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱し、冷後、還流冷却器を水20 mLで洗い、洗液を合わせ、ろ過する。以下「イオヘキソール」の定量法を準用する。

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL=27.37 mg C₁₉H₂₃N₃O₂

貯法 容器 密封容器。

24 イブプロフェンピコノール

25 Ibuprofen Piconol



27 C₁₉H₂₃NO₂ : 297.39

28 Pyridin-2-ylmethyl (2*RS*)-2-[4-(2-methylpropyl)phenyl]propanoate

29 [64622-45-3]

30 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂) 98.5~101.0%を含む。

32 性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

34 本品はメタノール、エタノール(95)、アセトン又は酢酸(100)と混和する。

36 本品は水にほとんど溶けない。

37 本品は光により分解する。

38 本品は旋光性を示さない。

39 確認試験

40 (1) 本品10 mgをエタノール(95) 250 mLに溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

45 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 <2.25> の液

46 膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

49 屈折率 <2.45> n_D^{20} : 1.529~1.532

50 比重 <2.56> d_4^{20} : 1.046~1.050

51 純度試験

52 (1) 塩化物 <1.03> 本品0.5 gをアセトン20 mLに溶かし、希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01 mol/L塩酸0.30 mL、アセトン20 mL、希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.021%以下)。

57 (2) 硫酸塩 <1.14> 本品0.5 gをアセトン20 mLに溶かし、希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.005 mol/L硫酸0.40 mL、アセトン20 mL、希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする(0.038%以下)。

62 (3) 重金属 <1.07> 本品4.0 gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(5 ppm以下)。

65 (4) 類縁物質 本品0.10 gをメタノール5 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)/メタノール混液(30 : 10 : 2 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにリンモリブデン酸*n*水和物のエタノール(95)溶液(1→10)を均等に噴霧し、170℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得た暗褐色の主スポット以外のスポットは2個以下であり、標準溶液から得た暗褐色のスポットより濃くない。

78 (5) 残留溶媒 別に規定する。

79 水分 <2.48> 0.1%以下(5 g、容量滴定法、直接滴定)。

80 強熱残分 <2.44> 0.1%以下(1 g)。

81 定量法 本品約0.6 gを精密に量り、酢酸(100) 50 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

84 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=29.74 mg C₁₉H₂₃NO₂

85 貯法

86 保存条件 遮光して保存する。

87 容器 気密容器。

88 イブプロフェンピコノールクリーム

89 Ibuprofen Piconol Cream

90 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応するイブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂ : 297.39)を含む。

92 製法 本品は「イブプロフェンピコノール」をとり、クリーム剤の製法により製する。

94 確認試験 本品の「イブプロフェンピコノール」50 mgに対応

1 する量を取り、メタノール10 mLを加え、水浴中で加温して
 2 よく振り混ぜ、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に
 3 イブプロフェンピコノール50 mgをメタノール10 mLに溶か
 4 し、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ
 5 フィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10
 6 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)
 7 を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢
 8 酸エチル/酢酸(100)混液(15:5:1)を展開溶媒として約13
 9 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長
 10 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び
 11 標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

12 pH 別に規定する。

13 定量法 本品のイブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)約15
 14 mgに対応する量を精密に量り、液体クロマトグラフィー用
 15 テトラヒドロフラン10 mLを加え、激しく振り混ぜた後、内
 16 標準溶液10 mLを正確に加える。さらにメタノールを加えて
 17 30 mLとし、激しく振り混ぜた後、孔径0.45 μ m以下のメン
 18 ブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定
 19 量用イブプロフェンピコノール(別途「イブプロフェンピコ
 20 ノール」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.15
 21 gを精密に量り、液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフ
 22 ランに溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確
 23 に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、メタノールを
 24 加えて30 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 25 5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に
 26 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイブプロ
 27 フェンピコノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

28 イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)の量(mg)

$$29 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$$

30 M_S : 脱水物に換算した定量用イブプロフェンピコノール
 31 の秤取量(mg)

32 内標準溶液 トリフェニルメタンのメタノール溶液(1→
 33 200)

34 試験条件

35 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

36 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 37 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 38 化シリカゲルを充填する。

39 カラム温度: 40°C付近の一定温度

40 移動相: メタノール/pH 4.0の酢酸・酢酸ナトリウム
 41 緩衝液混液(3:1)

42 流量: イブプロフェンピコノールの保持時間が約6.5分
 43 になるように調整する。

44 システム適合性

45 システムの性能: 標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で
 46 操作するとき、イブプロフェンピコノール、内標準物
 47 質の順に溶出し、その分離度は8以上である。

48 システムの再現性: 標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件
 49 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 50 に対するイブプロフェンピコノールのピーク面積比の
 51 相対標準偏差は1.0%以下である。

52 貯法

53 保存条件 遮光して保存する。

54 容器 気密容器。

55 イブプロフェンピコノール軟膏

56 Ibuprofen Piconol Ointment

57 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
 58 イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$: 297.39)を含む。

59 製法 本品は「イブプロフェンピコノール」を取り、軟膏剤の
 60 製法により製する。

61 確認試験 本品の「イブプロフェンピコノール」50 mgに対応
 62 する量を取り、メタノール10 mLを加え、水浴中で60°Cに
 63 加温してよく振り混ぜ、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とす
 64 る。別にイブプロフェンピコノール50 mgをメタノール10
 65 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
 66 ロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び
 67 標準溶液10 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
 68 (蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に
 69 ヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)混液(15:5:1)を展開溶
 70 媒として約13 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫
 71 外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主
 72 スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

73 定量法 本品のイブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)約15
 74 mgに対応する量を精密に量り、液体クロマトグラフィー用
 75 テトラヒドロフラン10 mLを加え、激しく振り混ぜた後、内
 76 標準溶液10 mLを正確に加える。さらにメタノールを加えて
 77 30 mLとし、激しく振り混ぜた後、孔径0.45 μ m以下のメン
 78 ブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定
 79 量用イブプロフェンピコノール(別途「イブプロフェンピコ
 80 ノール」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約0.15
 81 gを精密に量り、液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフ
 82 ランに溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確
 83 に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、メタノールを
 84 加えて30 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 85 5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に
 86 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイブプロ
 87 フェンピコノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

88 イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)の量(mg)

$$89 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$$

90 M_S : 脱水物に換算した定量用イブプロフェンピコノール
 91 の秤取量(mg)

92 内標準溶液 トリフェニルメタンのメタノール溶液(1→
 93 200)

94 試験条件

95 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

96 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 97 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 98 化シリカゲルを充填する。

99 カラム温度: 40°C付近の一定温度

100 移動相: メタノール/pH 4.0の酢酸・酢酸ナトリウム
 101 緩衝液混液(3:1)

- 1 流量：イブプロフェンピコノールの保持時間が約6.5分
2 になるように調整する。
3 システム適合性
4 システムの性能：標準溶液5 μLにつき、上記の条件で
5 操作するとき、イブプロフェンピコノール、内標準物
6 質の順に溶出し、その分離度は8以上である。
7 システムの再現性：標準溶液5 μLにつき、上記の条件
8 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
9 に対するイブプロフェンピコノールのピーク面積の比
10 の相対標準偏差は1.0%以下である。

11 貯法

- 12 保存条件 遮光して保存する。
13 容器 気密容器。

14 エタノール

- 15 純度試験の項(4)の目を次のように改める。

16 純度試験

- 17 (4) 他の混在物(吸光度) 本品につき、水を対照とし、層
18 長5 cmのセルを用い、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により
19 波長235~340 nmにおける吸収スペクトルを測定するとき、
20 240 nm、250~260 nm及び270~340 nmにおける吸光度は、
21 それぞれ0.40、0.30及び0.10以下であり、吸収スペクトルの
22 曲線は滑らかである。

- 23 貯法の項の次に次を加える。

- 24 ◆有効期間 ガラス製の容器以外を用いる場合、別に規定する
25 もののほか、製造後24箇月。◆

26 無水エタノール

- 27 純度試験の項(4)の目を次のように改める。

28 純度試験

- 29 (4) 他の混在物(吸光度) 本品につき、水を対照とし、層
30 長5 cmのセルを用い、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により
31 波長235~340 nmにおける吸収スペクトルを測定するとき、
32 240 nm、250~260 nm及び270~340 nmにおける吸光度は、
33 それぞれ0.40、0.30及び0.10以下であり、吸収スペクトルの
34 曲線は滑らかである。

- 35 貯法の項の次に次を加える。

- 36 ◆有効期間 ガラス製の容器以外を用いる場合、別に規定する
37 もののほか、製造後24箇月。◆

38 消毒用エタノール

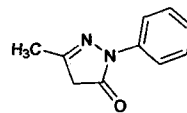
- 39 純度試験の項を次のように改める。

40 純度試験

- 41 「エタノール」の純度試験を準用する。ただし、(4)他の
42 混在物(吸光度)は次のとおりとする。
43 (4) 他の混在物(吸光度) 本品につき、紫外可視吸光度測
44 定法〈2.24〉により波長235~340 nmにおける吸収スペクト
45 ルを測定するとき、240 nm、250~260 nm及び270~340
46 nmにおける吸光度は、それぞれ0.40、0.30及び0.10以下で
47 ある。また、水を対照とし、層長5 cmのセルを用い、波長
48 235~340 nmにおける吸収スペクトルを測定するとき、吸
49 収曲線は滑らかである。

50 エダラボン

51 Edaravone



52

53 $C_{10}H_{10}N_2O$: 174.20

54 5-Methyl-2-phenyl-2,4-dihydro-3H-pyrazol-3-one

55 [89-25-8]

- 56 本品を乾燥したものは定量するとき、エダラボン
57 ($C_{10}H_{10}N_2O$) 99.0~101.0%を含む。

58 性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

59 本品はエタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく、水に
60 溶けにくい。

61 確認試験

62 (1) 本品の水溶液(1→200000)につき、紫外可視吸光度
63 測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のス
64 pektルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のス
65 pektルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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

70 pH〈2.54〉 本品20 mgを水20 mLに溶かした液のpHは4.0~
71 5.5である。

72 融点〈2.60〉 127~131℃

73 純度試験

74 (1) 重金属〈1.07〉 本品2.0 gをとり、第2法により操作
75 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
76 ppm以下)。

77 (2) 類縁物質 本品50 mgを移動相25 mLに溶かし、試料
78 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
79 確に50 mLとする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加
80 えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
81 溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
82 フィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
83 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエダ
84 ラボン以外のピークの面積は、標準溶液のエダラボンのピー
85 ク面積より大きくない。

1 試験条件

2 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)
 3 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 4 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 5 化シリカゲルを充填する。
 6 カラム温度：40℃付近の一定温度
 7 移動相：水/メタノール/酢酸(100)混液(100：100：1)
 8 流量：エダラボンの保持時間が約4分になるように調整
 9 する。
 10 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエダラボンの保持
 11 時間の約7倍の範囲

12 システム適合性

13 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 14 操作するとき、エダラボンのピークの理論段数及びシ
 15 ンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.4以下で
 16 ある。
 17 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 18 で試験を6回繰り返すとき、エダラボンのピーク面積
 19 の相対標準偏差は2.0%以下である。

20 (3) 残留溶媒 別に規定する。

21 乾燥減量 <2.41> 0.1%以下(1 g、減圧、酸化リン(V)、3時間)。

22 強熱残分 <2.44> 0.1%以下(1 g)。

23 定量法 本品を乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、酢酸(100)
 24 40 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位
 25 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

26 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=17.42 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$

27 貯法 容器 密閉容器。

28 エダラボン注射液

29 Edaravone Injection

30 本品は水性の注射剤である。

31 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する

32 エダラボン($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$ ：174.20)を含む。

33 製法 本品は「エダラボン」をとり、注射剤の製法により製
 34 する。

35 性状 本品は無色透明の液である。

36 確認試験 本品の「エダラボン」1.5 mgに対応する容量をと
 37 り、水を加えて50 mLとする。この液5 mLに水を加えて25
 38 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により吸
 39 収スペクトルを測定するとき、波長238~242 nmに吸収の
 40 極大を示す。

41 pH 別に規定する。

42 純度試験 類縁物質

43 (i) 本品を試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、
 44 移動相を加えて正確に50 mLとする。この液1 mLを正確に
 45 量り、移動相を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。
 46 試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条件で
 47 液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行う。それぞ
 48 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、
 49 試料溶液のエダラボン以外のピークの面積は、標準溶液のエ

50 ダラボンのピーク面積の2倍より大きくない。

51 試験条件

52 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エダ
 53 ラボン」の純度試験(2)の試験条件を準用する。

54 面積測定範囲：エダラボンのピークの後からエダラボン
 55 の保持時間の約7倍の範囲

56 システム適合性

57 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 58 操作するとき、エダラボンのピークの理論段数及びシ
 59 ンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、1.4以下で
 60 ある。

61 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 62 で試験を6回繰り返すとき、エダラボンのピーク面積
 63 の相対標準偏差は2.0%以下である。

64 (ii) 本品を試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、
 65 移動相を加えて正確に50 mLとする。この液1 mLを正確に
 66 量り、移動相を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。
 67 試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条件で
 68 液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行う。それぞ
 69 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、
 70 試料溶液のエダラボンに対する相対保持時間約0.3のピーク
 71 面積は、標準溶液のエダラボンのピーク面積の4倍より大き
 72 くなく、試料溶液のエダラボンに対する相対保持時間約0.4
 73 のピーク面積は、標準溶液のエダラボンのピーク面積より大
 74 きくない。また、試料溶液のエダラボン及び上記以外のピー
 75 クの面積は、標準溶液のエダラボンのピーク面積の2倍より
 76 大きくない。

77 試験条件

78 検出器、カラム及び移動相は定量法の試験条件を準用す
 79 る。

80 カラム温度：40℃付近の一定温度

81 流量：エダラボンの保持時間が約11分になるように調
 82 整する。

83 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエダラボンの保持
 84 時間の約2.5倍の範囲

85 システム適合性

86 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 87 操作するとき、エダラボンのピークの理論段数及びシ
 88 ンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、1.4以下で
 89 ある。

90 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 91 で試験を6回繰り返すとき、エダラボンのピーク面積
 92 の相対標準偏差は2.0%以下である。

93 エンドトキシン <4.01> 5.0 EU/mg未満。

94 採取容量 <6.05> 試験を行うとき、適合する。

95 不溶性異物 <6.06> 第1法により試験を行うとき、適合する。

96 不溶性微粒子 <6.07> 試験を行うとき、適合する。

97 無菌 <4.06> メンブランフィルター法により試験を行うとき、
 98 適合する。

99 定量法 本品のエダラボン($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$)約3 mgに対応する容量
 100 を正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、メタノール
 101 を加えて20 mLとし、試料溶液とする。別に定量用エダラボ
 102 ンを酸化リン(V)を乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約
 103 75 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50 mLと

1 する。この液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確
 2 に加え、メタノールを加えて20 mLとし、標準溶液とする。
 3 試料溶液及び標準溶液2 μ Lにつき、次の条件で液体クロマ
 4 トグラフィー〈2.01〉により試験を行い、内標準物質のピー
 5 ク面積に対するエダラボンのピーク面積の比 Q_1 及び Q_2 を求
 6 める。

7 エダラボン($C_{10}H_{10}N_2O$)の量(mg) = $M_s \times Q_1 / Q_2 \times 1/25$

8 M_s : 定量用エダラボンの秤取量(mg)

9 内標準溶液 アミノ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→
 10 500)

11 試験条件

12 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240 nm)

13 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 14 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 15 化シリカゲルを充填する。

16 カラム温度: 50°C付近の一定温度

17 移動相: 薄めた希酢酸(1→100)/メタノール混液(3: 1)
 18 に、薄めたアンモニア水(28)(1→20)を加えてpH 5.5
 19 に調整する。

20 流量: エダラボンの保持時間が約8分になるように調整
 21 する。

22 システム適合性

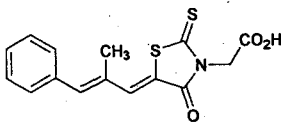
23 システムの性能: 標準溶液2 μ Lにつき、上記の条件で
 24 操作するとき、エダラボン、内標準物質の順に溶出し、
 25 その分離度は7以上である。

26 システムの再現性: 標準溶液2 μ Lにつき、上記の条件
 27 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 28 に対するエダラボンのピーク面積の比の相対標準偏差
 29 は1.0%以下である。

30 貯法 容器 密封容器。

31 エパルレスタット

32 Epalrestat



33 $C_{15}H_{13}NO_3S_2$: 319.40

34 2-((5Z)-5-[(2E)-2-Methyl-3-phenylprop-2-en-1-ylidene]-4-oxo-

35 2-thioxothiazolidin-3-yl)acetic acid

36 [82159-09-9]

37 本品を乾燥したものは定量するとき、エパルレスタット
 38 ($C_{15}H_{13}NO_3S_2$) 98.0~101.0%を含む。

39 性状 本品は黄色~だいたい色の結晶又は結晶性の粉末であ
 40 る。

41 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メ
 42 タノール又はエタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど
 43 溶けない。

44 本品は光により徐々に退色し、分解する。

45 本品は結晶多形が認められる。

46 確認試験

47 (1) 本品のメタノール溶液(1→200000)につき、紫外可視
 48 吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品
 49 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はエパルレスタット
 50 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す
 51 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度
 52 の吸収を認める。

53 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
 54 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
 55 品の参照スペクトル又はエパルレスタット標準品のスペクト
 56 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに
 57 同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差
 58 を認めるときは、別に規定する方法により再結晶し、結晶を
 59 る取し、乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

60 融点〈2.60〉 222~227°C

61 純度試験

62 (1) 重金属〈1.07〉 本品2.0 gをとり、第2法により操作
 63 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
 64 ppm以下)。

65 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品
 66 約20 mgを*N,N*-ジメチルホルムアミド8 mLに溶かし、試
 67 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、*N,N*-ジメチル
 68 ホルムアミドを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。
 69 試料溶液及び標準溶液3 μ Lずつを正確にとり、次の条件で
 70 液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞ
 71 れの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、
 72 試料溶液のエパルレスタット以外のピークの面積は、標準溶
 73 液のエパルレスタットのピーク面積の1/5より大きくない。
 74 また、試料溶液のエパルレスタット以外のピークの合計面積
 75 は、標準溶液のエパルレスタットのピーク面積より大きくない。
 76

77 試験条件

78 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
 79 の試験条件を準用する。

80 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からエパルレスタット
 81 の保持時間の約3倍の範囲

82 システム適合性

83 検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り、*N,N*-ジメ
 84 チルホルムアミドを加えて正確に10 mLとする。この
 85 液3 μ Lから得たエパルレスタットのピーク面積が、
 86 標準溶液のエパルレスタットのピーク面積の7~13%
 87 になることを確認する。

88 システムの性能: 標準溶液3 μ Lにつき、上記の条件で
 89 操作するとき、エパルレスタットのピークの理論段数
 90 及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5
 91 以下である。

92 システムの再現性: 標準溶液3 μ Lにつき、上記の条件
 93 で試験を6回繰り返すとき、エパルレスタットのピー
 94 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

95 (3) 残留溶媒 別に規定する。

96 乾燥減量〈2.41〉 0.2%以下(1 g, 減圧, シリカゲル, 60°C,
 97 3時間)。

- 1 強熱残分 <2.44> 0.1%以下(1g).
 2 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品及びエパ
 3 ルレスタット標準品を乾燥し、その約20 mgずつを精密に量
 4 り、それぞれを*N,N*-ジメチルホルムアミド8 mLに溶かし、
 5 内標準溶液2 mLずつを正確に加える。これらの液2 mLずつ
 6 に*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて20 mLとし、試料溶
 7 液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液3 μ Lにつき、
 8 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行
 9 い、内標準物質のピーク面積に対するエパルレスタットのピ
 10 ーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

11 エパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)の量(mg)

$$12 = M_S \times Q_T / Q_S$$

13 M_S : エパルレスタット標準品の秤取量(mg)

14 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの*N,N*-ジメチ
 15 ルホルムアミド溶液(1→100)

16 試験条件

- 17 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 280 nm)
 18 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 19 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 20 化シリカゲルを充填する。
 21 カラム温度: 25°C付近の一定温度
 22 移動相: 0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液に0.05
 23 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加えてpH 6.5に
 24 調整する。この液2容量にアセトニトリル1容量を加
 25 える。
 26 流量: エパルレスタットの保持時間が約12分になるよ
 27 うに調整する。

28 システム適合性

- 29 システムの性能: 標準溶液3 μ Lにつき、上記の条件で
 30 操作するとき、エパルレスタット、内標準物質の順に
 31 溶出し、その分離度は2.0以上である。
 32 システムの再現性: 標準溶液3 μ Lにつき、上記の条件
 33 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 34 に対するエパルレスタットのピーク面積の比の相対標
 35 準偏差は1.0%以下である。

36 貯法

- 37 保存条件 遮光して保存する。
 38 容器 気密容器。

39 エパルレスタット錠

40 Epalrestat Tablets

- 41 本品を定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
 42 エパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$: 319.40)を含む。
 43 製法 本品は「エパルレスタット」をとり、錠剤の製法により
 44 製する。
 45 確認試験 本品を粉末とし、「エパルレスタット」50 mgに対
 46 応する量をとり、メタノール100 mLを加えてよく振り混ぜ
 47 た後、ろ過する。ろ液1 mLをとり、メタノールを加えて
 48 100 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> によ

- 49 り吸収スペクトルを測定するとき、波長235~239 nm, 290
 50 ~294 nm及び387~391 nmに吸収の極大を示す。

- 51 製剤均一性 <6.02> 次の方法により含量均一性試験を行うと
 52 き、適合する。

- 53 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、
 54 *N,N*-ジメチルホルムアミド30 mLを正確に加えて錠剤が完
 55 全に崩壊するまでよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液
 56 1 mLを正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて
 57 正確に100 mLとする。この液 V mLを正確に量り、1 mL中
 58 にエパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)約4.2 μ gを含む液となる
 59 ように*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に V' mLと
 60 し、試料溶液とする。別にエパルレスタット標準品をシリカ
 61 ゲルを乾燥剤として60°Cで3時間減圧乾燥し、その約50 mg
 62 を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド30 mLを正確に
 63 加えて溶かす。この液1 mLを正確に量り、*N,N*-ジメチル
 64 ホルムアミドを加えて正確に100 mLとする。さらに、この
 65 液5 mLを正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加え
 66 て正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
 67 液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、
 68 波長392 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

69 エパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)の量(mg)

$$70 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / 4$$

71 M_S : エパルレスタット標準品の秤取量(mg)

- 72 溶出性 <6.10> 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド
 73 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間
 74 の溶出率は70%以上である。

- 75 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、試
 76 験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以上をとり、孔
 77 径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めの
 78 ろ液10 mLを除き、次のろ液 V mLを正確に量り、1 mL中に
 79 エパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)約5.6 μ gを含む液となるよ
 80 うに試験液を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とする。
 81 別にエパルレスタット標準品をシリカゲルを乾燥剤として
 82 60°Cで3時間減圧乾燥し、その約22 mgを精密に量り、*N,N*-
 83 ジメチルホルムアミド10 mLに溶かし、試験液を加えて正
 84 確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液を加
 85 えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
 86 準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法
 87 <2.24> により試験を行い、波長398 nmにおける吸光度 A_T 及
 88 び A_S を測定する。

89 エパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)の表示量に対する溶出率
 90 (%)

$$91 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$$

92 M_S : エパルレスタット標準品の秤取量(mg)

93 C : 1錠中のエパルレスタット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)の表示量(mg)

- 94 定量法 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品20個以上
 95 をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。エパルレスタ
 96 ット($C_{15}H_{13}NO_3S_2$)約50 mgに対応する量を精密に量り、
 97 *N,N*-ジメチルホルムアミド20 mLを加え、内標準溶液5
 98 mLを正確に加えて振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液2
 99 mLをとり、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて20 mLと

1 し、試料溶液とする。別にエパルレスタット標準品をシリカ
2 ゲルを乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、その約20 mg
3 を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド8 mLに溶かし、
4 内標準溶液2 mLを正確に加えて振り混ぜる。この液2 mLに
5 *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて20 mLとし、標準溶液
6 とする。以下「エパルレスタット」の定量法を準用する。

7 エパルレスタット(C₁₅H₁₃NO₃S₂)の量(mg)
8 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / 2$

9 M_S : エパルレスタット標準品の秤取量(mg)

10 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの*N,N*-ジメチ
11 ルホルムアミド溶液(1→100)

12 貯法 容器 気密容器。

13 エフェドリン塩酸塩散10%

14 確認試験の項の次に次を加える。

15 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
16 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
17 85%以上である。

18 本品約0.25 gを精密に量り、試験を開始し、規定された時
19 間に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブ
20 ランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ
21 液を試料溶液とする。別に定量用エフェドリン塩酸塩を
22 105℃で3時間乾燥し、その約28 mgを精密に量り、水に溶
23 かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水
24 を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
25 標準溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
26 グラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のエフ
27 エドリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

28 エフェドリン塩酸塩(C₁₀H₁₅NO · HCl)の表示量に対する溶
29 出率(%)

30 $= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 9 / 10$

31 M_S : 定量用エフェドリン塩酸塩の秤取量(mg)

32 M_T : 本品の秤取量(g)

33 試験条件

34 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「エフ
35 エドリン塩酸塩」の純度試験(4)の試験条件を準用す
36 る。

37 システム適合性

38 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
39 操作するとき、エフェドリンのピークの理論段数及び
40 シンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、2.0以
41 下である。

42 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
43 で試験を6回繰り返すとき、エフェドリンのピーク面
44 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

45 エポエチン アルファ(遺伝子組換え)

46 Epoetin Alfa (Genetical Recombination)

47 タンパク質部分

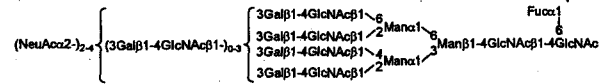
APPRLICDSR VLERYLLEAK EAENITGCA EHCSLNENIT VPDTKVNIFYA
WKRMEVGQQA VEVWQGLALL SEAVLRGQAL LVNSQPWEP LQLHVDKAVS
GLRSLTTLR ALGAQKEAIS PPDAASAAPL RTITADTFRK LFRVYSNFLR

48 GKLKLYTGEA CRTGD

49 N24, N38, N83及びS126, 糖鎖結合

50 糖鎖部分(主な糖鎖構造)

51 N24, N38及びN83



52

53 S126



54 (NeuAc2)_{0,1}3Galβ1-3GalNAc

55 C₈₀₉H₁₃₀₁N₂₂₉O₂₄₀S₅: 18235.70 (タンパク質部分)

56 [113427-24-0]

57 本品の本質は、遺伝子組換えヒトエリスロポエチンであり、
58 チャイニーズハムスター卵巣細胞で産生される。本品は、
59 165個のアミノ酸残基からなる糖タンパク質(分子量約37000
60 ~42000)である。本品は、水溶液である。本品は、赤血球
61 前駆細胞の分化・増殖の促進作用を有する。

62 本品は定量するとき、1 mL当たり1.1~1.5 mgのタンパク
63 質を含み、タンパク質1 mg当たり1.5 × 10⁶単位以上を含む。
64 性状 本品は無色澄明の液である。

65 確認試験 本品及びエポエチンアルファ標準品の適量をと
66 り、それぞれに水を加えて薄める。それぞれの液3容量にエポエ
67 チンアルファ用試料緩衝液を1容量加え、100℃で5分間加熱
68 し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液の
69 タンパク質0.7 μgに対応する容量をそれぞれエポエチンアル
70 ファ用ポリアクリルアミドゲルの試料液添加溝に注入し、垂
71 直不連続緩衝液系SDS-ポリアクリルアミドゲル電気泳動
72 を行う。泳動終了後、ゲル、ポリビニリデンフロライド膜及
73 びろ紙をプロットング試液に浸した後、セミドライプロッ
74 ティング装置に取り付け、ろ紙の面積に基づいて0.7~0.9
75 mA/cm²定電流で約1時間転写する。転写後、ポリビニリデ
76 ンフロライド膜をエポエチンアルファ用ブロッキング試液に
77 浸し、1時間以上振り混ぜた後、エポエチンアルファ用プロ
78 ッキング試液を除き、一次抗体試液を加え、更に一晩振り混
79 ぜる又は4℃で三晩放置する。一次抗体試液を除き、リン酸
80 塩緩衝塩化ナトリウム試液でポリビニリデンフロライド膜を
81 洗浄後、二次抗体試液を加え、1時間以上振り混ぜる。二次
82 抗体試液を除き、リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液でポリビ
83 ニリデンフロライド膜を洗浄後、アビジン・ビオチン試液を
84 加え、1時間以上振り混ぜる。アビジン・ビオチン試液を除
85 き、リン酸塩緩衝塩化ナトリウム試液でポリビニリデンフロ
86 ライド膜を洗浄する。このポリビニリデンフロライド膜にエ
87 ポエチンアルファ用基質試液を加えて発色させるとき、試料
88 溶液から得た主泳動帯は、標準溶液から得た主泳動帯と同様

1 の泳動像を示す。
 2 ペプチドマップ 本品及びエポエチンアルファ標準品のタンパ
 3 ク質35 µgに対応する容量をとり、減圧下で乾固し、残留物
 4 をpH 7.3の0.1 mol/Lトリス緩衝液100 µLに溶かす。これら
 5 の液にエポエチンアルファ用トリプシン試液5 µLを加え、
 6 37℃で6時間加温し、氷冷後、試料溶液及び標準溶液とする。
 7 試料溶液及び標準溶液45 µLにつき、次の条件で液体クロマ
 8 トグラフィー〈2.01〉により試験を行い、両者のクロマトグ
 9 ラムを比較するとき、同一の保持時間のところに同様のピー
 10 クを認める。

11 試験条件

12 検出器：紫外吸光度計(測定波長：214 nm)
 13 カラム：内径3.9 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 14 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 15 リカゲルを充填する。
 16 カラム温度：45℃付近の一定温度
 17 移動相A：水／トリフルオロ酢酸混液(5000：3)
 18 移動相B：アセトニトリル／水／トリフルオロ酢酸混液
 19 (4000：1000：3)
 20 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 21 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 5	98	2
5 ~ 95	98 → 35	2 → 65

22 流量：毎分0.75 mL

23 システム適合性

24 システムの性能：標準溶液45 µLにつき、上記の条件で
 25 操作するとき、エポエチンアルファ標準品のペプチド
 26 マップにおけるクロマトグラムと同様のパターンを示
 27 す。

28 糖鎖プロファイル 別に規定する。

29 シアル酸含量 本品のタンパク質約1 nmolに対応する容量を
 30 正確にとり、水を加えて45 µLとする。この液に水酸化ナト
 31 リウム試液5 µLを正確に加え、氷水中で90分間放置した後、
 32 希酢酸5 µLを正確に加える。この液に水45 µL及び水／酢酸
 33 (100)混液(27：8) 100 µLをそれぞれ正確に加え、80℃で210
 34 分間加温する。冷後、この液に蛍光試液200 µLを正確に加
 35 え、遮光下、60℃で2時間加温する。冷後、この液に水酸化
 36 ナトリウム試液200 µLを正確に加えて試料溶液とする。別
 37 に用時、0.4 mmol/L *N*-アセチルノイラミン酸試液250 µL
 38 を正確に量り、0.1 mmol/L *N*-グリコリルノイラミン酸試
 39 液20 µL及び水180 µLをそれぞれ正確に加える。この液45
 40 µLを正確に量り、試料溶液と同様の方法で操作し、標準溶
 41 液とする。試料溶液及び標準溶液20 µLずつを正確にとり、
 42 次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行
 43 う。試料溶液の*N*-アセチルノイラミン酸のピーク面積 A_{T1}
 44 及び*N*-グリコリルノイラミン酸のピーク面積 A_{T2} 、並びに
 45 標準溶液の*N*-アセチルノイラミン酸のピーク面積 A_{S1} 及び
 46 *N*-グリコリルノイラミン酸のピーク面積 A_{S2} を測定する。
 47 次式により、本品のシアル酸の含量を求めるとき、10~12
 48 mol/molである。

49 シアル酸の含量(mol/mol)

$$50 = (A_{T1}/A_{S1} \times 10 + A_{T2}/A_{S2} \times 1/5)/a$$

51 a ：採取した本品のモル数(nmol)

52 ただし、本品のモル濃度(mmol/L)は、定量法(1)により求
 53 めた本品の波長280nmにおける吸光度 A を用いて次式より算
 54 出する。

$$55 \text{本品のモル濃度(mmol/L)} = A \times 10^3 / 22430$$

56 22430：本品のモル吸光係数 ϵ

57 試験条件

58 検出器：蛍光光度計(励起波長：373 nm、蛍光波長：
 59 448 nm)
 60 カラム：内径3.9 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 61 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 62 化シリカゲルを充填する。
 63 カラム温度：25℃付近の一定温度
 64 移動相A：水／アセトニトリル／メタノール混液(84：
 65 9：7)
 66 移動相B：水／メタノール混液(1：1)
 67 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 68 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 20	100	0
20 ~ 20.1	100 → 0	0 → 100
20.1 ~ 27	0	100

69 流量：毎分0.6 mL

70 システム適合性

71 システムの性能：標準溶液20 µLにつき、上記の条件で
 72 操作するとき、*N*-グリコリルノイラミン酸、*N*-ア
 73 セチルノイラミン酸の順に溶出し、その分離度は3以
 74 上である。
 75 システムの再現性：標準溶液20 µLにつき、上記の条件
 76 で試験を6回繰り返すとき、*N*-グリコリルノイラミ
 77 ン酸及び*N*-アセチルノイラミン酸のピーク面積の相
 78 対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

79 分子量 確認試験の試料溶液を試料溶液とする。別に分子量標
 80 準原液20 µLにエポエチンアルファ用試料緩衝液6.7 µLを加
 81 え、100℃で5分間加熱し、分子量標準溶液とする。分離ゲ
 82 ル及び濃縮ゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系SDS
 83 -ポリアクリルアミドゲルに、タンパク質3.5 µgに対応する
 84 容量の試料溶液及び分子量標準溶液の全量をそれぞれ試料液
 85 添加溝に注入し、電気泳動を行った後、クーマシーブリリア
 86 ントブルーR-250 1.25 gをメタノール450 mL及び酢酸
 87 (100) 100 mLに溶かし、更に水を加えて1000 mLとした液
 88 に浸して染色する。分子量標準溶液の卵白アルブミン(分子
 89 量約45000)、炭酸脱水酵素(分子量約31000)、大豆トリプ
 90 シンインヒビター(分子量約21500)及びリゾチーム(分子量約
 91 14400)の各泳動帯の相対移動度を求め、分子量の対数に対
 92 して直線回帰し、検量線を作成する。試料溶液から得た主泳
 93 動帯の中心部の相対移動度を求め、検量線より本品の分子量
 94 を算出するとき、37000~42000である。

95 pH〈2.54〉 5.7~6.7

96 純度試験

97 (1) オリゴマー 本品のタンパク質50 µgに対応する容量

1 をとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により
2 試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、
3 面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、エポエチンアル
4 ファ以外のピークの合計量は2%以下である。

5 試験条件

6 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)
7 カラム：内径7.5 mm、長さ60 cmのステンレス管に液
8 体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充填する。
9 カラム温度：25℃付近の一定温度
10 移動相：リン酸水素ナトリウム十二水和物91 mg、リ
11 ン酸二水素ナトリウム二水和物0.27 g及び塩化ナトリ
12 ウム8.77 gを水に溶かし、1000 mLとする。
13 流量：エポエチンアルファのピークの保持時間が約16
14 分になるように調整する。
15 面積測定範囲：サイズ排除カラムの排除容積に相当する
16 保持時間からエポエチンアルファの溶出終了までの範
17 囲

18 システム適合性

19 検出の確認：本品1容量に移動相49容量を加え、システ
20 ム適合性試験用溶液とする。タンパク質1 µgに対応す
21 る容量のシステム適合性試験用溶液から得たエポエチ
22 ンアルファのピーク的面積が、本品のエポエチンアル
23 ファのピーク的面積の1.5~2.5%になることを確認す
24 る。

25 システムの性能：ゲルろ過分子量マーカー用ウシ血清アル
26 ブミン40 mg及びゲルろ過分子量マーカー用キモト
27 リブシノーゲン20 mgを移動相100 mLに溶かす。こ
28 の液50 µLにつき、上記の条件で操作するとき、ウシ
29 血清アルブミン、キモトリブシノーゲンの順に溶出し、
30 その分離度は4以上である。

31 システムの再現性：本品のタンパク質50 µgに対応する
32 容量につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、
33 エポエチンアルファのピーク的面積の相対標準偏差は
34 2.0%以下である。

35 (2) 宿主由来タンパク質 別に規定する。

36 (3) DNA 別に規定する。

37 定量法

38 (1) タンパク質含量 本品の適量を取り、必要ならばエポ
39 エチンアルファ用リン酸塩緩衝液で薄め、1 mL中にタンパ
40 ク質0.5~0.8 mgを含む液とし、試料溶液とする。試料溶液
41 につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、
42 エポエチンアルファ用リン酸塩緩衝液を対照として波長280
43 nmにおける吸光度Aを測定する。

44 本品1mL中のタンパク質量(mg)=A × d × 0.909

45 d：試料溶液を調製したときの希釈倍率
46 0.909：エポエチンアルファのタンパク質部分の吸光係数
47 $E_{1cm}^{0.1\%}$ の逆数

48 (2) 比活性

49 (i) 試験動物 6~8週齢の健康な雌マウス(B6D2F1系な
50 ど)を用い、試験前1週間以上飼育室で一定の飼料及び水を与
51 えて飼育する。

52 (ii) 標準溶液 エポエチンアルファ標準品にウシ血清アル

53 ブミン・生理食塩液を加え、その1 mL中に正確に10~40單
54 位を含む溶液を調製し、これを高用量標準溶液S_Hとする。
55 さらに高用量標準溶液S_Hにウシ血清アルブミン・生理食塩
56 液を加え、正確に4倍に薄めた溶液を低用量標準溶液S_Lとす
57 る。

58 (iii) 試料溶液 本品にウシ血清アルブミン・生理食塩液を
59 加え、その1 mL中に高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液
60 S_Lに相当する単位を含む溶液を調製し、それぞれ高用量試
61 料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする。

62 (iv) 操作法 試験動物を4群に分け、各群は5匹以上で同数
63 とする。

64 第1、2及び3日に、次に示すように標準溶液及び試料溶液
65 を各試験動物に1匹当たり正確に0.2 mLずつ皮下注射する。

66 第1群：S_H、第2群：S_L、第3群：T_H、第4群：T_L
67 第4日に各試験動物から試験を行うのに十分な量の血液を
68 とる。粒子計数装置用希釈液10 mLに血液20 µLを正確に加
69 えて混和後、適切な溶血剤100 µLを加えて5分間かき混ぜる。
70 粒子計数装置を用い、溶血剤抵抗性赤血球系細胞の粒子数を
71 求める。

72 (v) 計算法 (iv)操作法において、S_H、S_L、T_H及びT_Lによ
73 って得た微小粒子数を常用対数に変換した値をそれぞれy₁、
74 y₂、y₃及びy₄とする。さらに各群のy₁、y₂、y₃及びy₄を合
75 計してそれぞれY₁、Y₂、Y₃及びY₄とする。

76 本品の比活性(単位/mgタンパク質)

77 =本品の力価(単位/mL)/C

78 本品の力価(単位/mL)

79 =antilog M × 高用量標準溶液1mL中の単位 × d

80 $M = \log 4 \times Y_a / Y_b$

81 $Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$

82 $Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$

83 d：高用量試料溶液を調製したときの希釈倍率

84 C：定量法(1)により求めた本品のタンパク質濃度
85 (mg/mL)

86 ただし、次の式によって計算されるF'はs²を計算したと
87 きのnに対する表中のFより小さい。また、次の式によ
88 ってL (P=0.95)を計算するとき、Lは0.3以下である。もし、
89 F'がFを、またLが0.3を超えるときは、実験条件を整備
90 して試験を繰り返す。

91 $F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / 4f s^2$

92 f：各群の試験動物の数。ただし、各群の数は同数と
93 し、かつ5以上であること。

94 $s^2 = (\sum y^2 - Y/f) / n$

95 $\sum y^2$ ：各群のy₁、y₂、y₃及びy₄をそれぞれ2乗し合計
96 した値

97 $Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$

98 $n = 4(f - 1)$

99 $L = 2\sqrt{(C-1)\{CM^2 + (\log 4)^2\}}$

100 $C = Y_b^2 / (Y_a^2 - 4f s^2 f)$

1 n に対する $F(t^2)$ の値

n	$t^2=F$	n	$t^2=F$	n	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

2 貯法

3 保存条件 遮光して、凍結を避け、10℃以下で保存する。

4 容器 密封容器。

5 エポエチン ベータ(遺伝子組換え)

6 Epoetin Beta (Genetical Recombination)

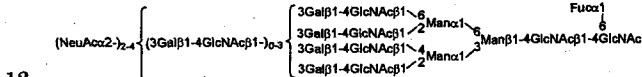
7 タンパク質部分

APPRLICDSR VLERYLLEAK EAENITGCA EHCSLNENIT VPDTKVNFYA
 WKRMVEVGQQA VEVWQGLALL SEAVLRGQAL LVNSSQPWEP LQLHVDKAVS
 GLRSLTLLR ALGAQKEAIS PPAASAAPL RTITADTRK LFRVYSNFLR
 GKCLKLYTGEA CRTGD

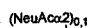
8 N24, N38, N83及びS126, 糖鎖結合

10 糖鎖部分(主な糖鎖構造)

11 N24, N38及びN83



13 S126



14 $(\text{NeuAc}_2)_0,1,3\text{Gal}\beta 1-3\text{GalNAc}$

15 $\text{C}_{809}\text{H}_{1901}\text{N}_{229}\text{O}_{240}\text{S}_5$: 18235.70 (タンパク質部分)

16 [122312-54-3]

17 本品の本質は、遺伝子組換えヒトエリスロポエチンであり、
 18 チャイニズハムスター卵巣細胞で産生される。本品は、
 19 165個のアミノ酸残基からなる糖タンパク質(分子量約
 20 30000)である。本品は、水溶液である。本品は、赤血球前
 21 駆細胞の分化・増殖促進作用を有する。

22 本品は定量するとき、1 mL当たり0.5~1.5 mgのタンパク
 23 質を含み、タンパク質1 mg当たり 1.5×10^5 単位以上を含む。

24 性状 本品は無色透明の液である。

25 確認試験

26 (1) 本品及びエポエチンベータ標準品をそれぞれ試料溶液
 27 及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条
 28 件でキャピラリー電気泳動を行うとき、試料溶液及び標準溶
 29 液から得た各々のピークの移動時間は等しく、同様の泳動パ
 30 ターンを示す。

31 試験条件

32

検出器：紫外吸光度計(測定波長：200 nm)

33

34 カラム：内径50 μm 、長さ約50 cmのシリカキャピラリ
 35 ーにアミノ基を化学的に被覆する(有効長約40 cm)。

36

37 泳動液：リン酸二水素ナトリウム二水和物32.8 gを水に
 38 溶かして1000 mLとした液に、リン酸水素二ナトリ
 39 ウム十二水和物75.2 gを水に溶かして1000 mLとした
 40 液を加えてpH 4.5に調整する。この液19容量とエタ
 41 ノール(99.5)1容量を混和する。

42

泳動温度：20℃付近の一定温度

43

44 泳動条件：泳動電流(約50 μA の一定電流)、泳動時間(30
 45 分)

46

47 試料溶液及び標準溶液の注入：2秒間(加圧法：0.5 psi)

48

49 ピーク検出範囲：試料注入後10分から30分の範囲(ただ
 50 し本品の溶媒由来のピークを除く)。

46

システム適合性

47

48 システムの性能：標準溶液につき、上記の条件で操作す
 49 るとき、エポエチンベータの主要なピークを4本以上
 50 検出する。最初に検出する主要なピークと次に検出す
 51 る主要なピークの間隔は0.8以上である。

51

52 システムの再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験
 53 を3回繰り返すとき、最初に検出する主要なピークの
 54 移動時間の相対標準偏差は2%以下である。

54

(2) 本品及びエポエチンベータ標準品のタンパク質600

55

56 μg に相当する量を取り、それぞれ適切な方法で脱塩を行い、

56

57 脱塩試料及び脱塩標準品とする。脱塩試料及び脱塩標準品を、

57

58 *N*-エチルモルホリン2.3 gを水100 mLに溶かして酢酸(100)

58

59 を加えてpH 8.0に調整した液600 μL に溶かし、脱塩試料溶

59

60 液及び脱塩標準溶液とする。脱塩試料溶液及び脱塩標準溶液

60

61 500 μL を取り、エポエチンベータ用トリエチルアミン3.3

61

62 μL 及びエポエチンベータ用2-メルカプトエタノール1.5 μL

62

63 を加え、37℃で1時間反応する。冷後、これらの液に、4-

63

64 ビニルピリジン5.5 μL を加え、25℃で1時間反応する。それ

64

65 ぞれの反応液に薄めたエポエチンベータ用トリフルオロ酢酸

65

66 (1→10) 50 μL を加えて反応を停止した後、適切な方法で試

66

67 薬を除き、ピリジルエチル化試料及びピリジルエチル化標準

67

68 品とする。ピリジルエチル化試料及びピリジルエチル化標準

68

69 品を炭酸水素ナトリウム溶液(21→2500) 500 μL に溶かす。

69

70 その400 μL ずつを取り、リシルエンドペプチダーゼの炭酸

70

71 水素ナトリウム溶液(21→2500)溶液(1→50000) 16 μL を加え、

71

72 37℃で24時間反応する。ただし、反応開始4時間後及び20時

72

73 間後にリシルエンドペプチダーゼの炭酸水素ナトリウム溶液

73

74 (21→2500)溶液(1→50000) 16 μL を加える。各反応液に薄め

74

75 たエポエチンベータ用トリフルオロ酢酸(1→10) 100 μL を加

75

76 えて反応を停止し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液

76

77 及び標準溶液100 μL につき、次の条件で液体クロマトグラ

77

78 フィー〈2.0〉により試験を行い、両者のクロマトグラムを

78

79 比較するとき、同一の保持時間のところに同様のピークを認

79

80 める。

80

試験条件

81

81 検出器：紫外吸光度計(測定波長：214 nm)

82

82 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
 83 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 84 化シリカゲルを充填する。

84

85 カラム温度：25℃付近の一定温度

1 移動相A: 水/エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸混
 2 液(1000:1)
 3 移動相B: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/
 4 水/エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸混液
 5 (900:100:1)
 6 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 7 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 10	90	10
10 ~ 30	90 → 80	10 → 20
30 ~ 50	80	20
50 ~ 130	80 → 40	20 → 60
130 ~ 140	40 → 10	60 → 90
140 ~ 150	10	90

8 流量: 溶媒のピークの後に溶出する最初のピークの保持
 9 時間が約17分となるように調整する。

10 システム適合性

11 システムの性能: 標準溶液を用い、上記の条件で操作す
 12 るとき、溶媒のピークの後に主要な9個のペプチドが
 13 分離して溶出する。5番目と6番目に溶出するピーク
 14 の分離度は3以上である。

15 (3) 本品100 µLを正確に量り、レソルシノール・硫酸銅
 16 (II)試液1 mLを加え、水浴上で30分間加熱する。氷冷後、
 17 酢酸*n*-ブチル/1-ブタノール混液(4:1) 2 mLを加え、激
 18 しく振り混ぜる。上層をとり、試料溶液とする。別に*N*-ア
 19 セチルノイラミン酸を水に溶かし、1 mL中に0.1、0.2及び
 20 0.3 mgを含む液を調製し、標準原液(1)、標準原液(2)及び標
 21 準原液(3)とする。標準原液(1)、標準原液(2)及び標準原液(3)
 22 100 µLをそれぞれ正確に量り、レソルシノール・硫酸銅(II)
 23 試液1 mLをそれぞれ加え、以下試料溶液と同様の操作を行
 24 い、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料
 25 溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)につき、紫
 26 外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、625 nmにお
 27 ける吸光度を測定する。標準溶液から得た検量線を用いて試
 28 料溶液1 mL当たりのシアル酸の量(mg/mL)を求め、次式に
 29 より、本品のシアル酸の含量を求めるとき、10~13
 30 mol/molである。

31 シアル酸の量(mol/molエポエチンベータタンパク質)
 32 $= A/C \times 18236/309.27$

33 *A*: 試料溶液のシアル酸量(mg/mL)
 34 *C*: 本品のタンパク質量(mg/mL)
 35 18236: エポエチンベータのタンパク質部分の分子量
 36 309.27: *N*-アセチルノイラミン酸の分子量

37 (4) 糖鎖プロファイル 別に規定する。

38 pH(2.54) 7.0~8.0

39 純度試験

40 (1) 類縁物質 本品20 µLにつき、次の条件で液体クロマ
 41 トグラフィー(2.01)により試験を行う。各々のピーク面積
 42 を自動積分法により測定し、面積百分率法により溶媒以外の
 43 ピークの量を求めるとき、エポエチンベータ以外のピークの
 44 合計量は1.0%以下である。

45 試験条件

46 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214 nm)

47 カラム: 内径7.5 mm、長さ60 cmのステンレス管に10
 48 µmの液体クロマトグラフィー用多孔質シリカゲルを
 49 充填する。

50 カラム温度: 25°C付近の一定温度

51 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物1.6 g及び硫
 52 酸ナトリウム十水和物16.1 gを水に溶かし、1000 mL
 53 とした液に、硫酸ナトリウム十水和物16.1 gを0.01
 54 mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かして1000 mLとし
 55 た液を加えてpH 6.8に調整する。

56 流量: エポエチンベータの保持時間が約18分となるよ
 57 うに調整する。

58 面積測定範囲: エポエチンベータの保持時間の約2倍の
 59 範囲。

60 システム適合性

61 検出の確認: 0.05 vol%エポエチンベータ用ポリソルベ
 62 ート20を含む本品の溶媒で薄めたエポエチンベータ
 63 標準品の溶液(1→1000) 20 µLにつき、上記の条件で
 64 操作するとき、エポエチンベータのピークを検出する。
 65 システムの性能: エポエチンベータ標準品を用い、上記
 66 の条件で操作するとき、エポエチンベータのピークの
 67 理論段数は600段以上である。

68 (2) 宿主由来タンパク質 別に規定する。

69 (3) DNA 別に規定する。

70 定量法

71 (1) タンパク質量 本品を試料溶液とする。別にエポエ
 72 チンベータ標準品を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 73 15 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 74 <2.01>により試験を行い、それぞれの液のエポエチンベ
 75 ータのメインピーク及びサブピークの合計面積 A_T 及び A_S を
 76 測定する。

77 本品1 mL中のタンパク質量(mg) = $C_S \times A_T / A_S$

78 C_S : エポエチンベータ標準品のタンパク濃度(mg/mL)

79 試験条件

80 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214 nm)

81 カラム: 内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
 82 µmの液体クロマトグラフィー用ブチルシリル化シリ
 83 カゲルを充填する。

84 カラム温度: 25°C付近の一定温度

85 移動相A: 水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリ
 86 ル/エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸混液
 87 (400:100:1)

88 移動相B: 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/
 89 水/エポエチンベータ用トリフルオロ酢酸混液
 90 (400:100:1)

91 移動相の送液: 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 92 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0~18	65→50	35→50
18~33	50→0	50→100
33~43	0	100

1 流量：エポエチンベータのメインピークの保持時間が約
2 22分となるように調整する。

3 システム適合性

4 システムの性能：標準溶液15 μLにつき、上記の条件で
5 操作するとき、エポエチンベータのメインピーク、サ
6 ブピークの順に溶出し、メインピークの理論段数は
7 600段以上である。

8 システムの再現性：標準溶液15 μLにつき、上記の条件
9 で試験を6回繰り返すとき、エポエチンベータのメイ
10 ンピーク及びサブピークの合計面積の相対標準偏差は
11 4.0%以下である。

12 (2) 比活性 本品に1 mL中にエポエチンベータ5, 10及
13 び20単位相当量(推定値)を含む液となるように0.1 w/v%ウ
14 シ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加え、
15 それぞれ試料溶液(1)、試料溶液(2)及び試料溶液(3)とする。
16 別にエポエチンベータ標準品に1 mL中にエポエチンベータ5,
17 10及び20単位相当量を含む液となるように0.1 w/v%ウシ血
18 清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加え、そ
19 れぞれ標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。各
20 試料溶液及び各標準溶液0.2 mLずつを正確にとり、ICR系
21 マウス5匹以上に皮下投与する。初回投与後1日目及び2日
22 目に、同様に各溶液0.2 mLずつを投与する。初回投与後3日
23 目に、各被験マウスより採血し、この採血液20 μLを血液希釈
24 液9.94 mLに加えてかき混ぜ、希釈血液溶液とする。希釈血
25 液溶液に溶血剤100 μLを加え、穏やかにかき混ぜて溶血さ
26 せ、粒子計数装置を用い、溶血剤抵抗性赤血球系細胞の粒子
27 数を測定する。

28 平行線検定法により、標準溶液に対する試料溶液の効力比
29 (P)を求め、次式により本品のタンパク質1 mg当たりの力価
30 (単位)を求める。

$$31 P_i = 10^M$$

$$32 M = 4/3 \times i \times T_a / T_b$$

$$33 i = \log 2$$

$$34 T_a = -S_1 - S_2 - S_3 + U_1 + U_2 + U_3$$

$$35 T_b = -S_1 + S_3 - U_1 + U_3$$

36 U_1 ：試料溶液(1)の反応値の平均

37 U_2 ：試料溶液(2)の反応値の平均

38 U_3 ：試料溶液(3)の反応値の平均

39 S_1 ：標準溶液(1)の反応値の平均

40 S_2 ：標準溶液(2)の反応値の平均

41 S_3 ：標準溶液(3)の反応値の平均

42 エポエチンベータ(遺伝子組換え)の比活性(単位/mgタンパク
43 質)

$$44 = S \times R \times D_T / D_S / C$$

45 S ：エポエチンベータ標準品の力価(単位/mL)

46 D_T ：試料溶液(3)の希釈倍率

47 D_S ：標準溶液(3)の希釈倍率

48 C ：本品のタンパク質量(mg/mL)

49 貯法

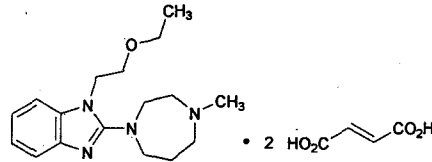
50 保存条件 -20℃以下で保存する。

51 容器 気密容器。

52 エメダスチンフマル酸塩

53 Emedastine Fumarate

54 フマル酸エメダスチン



55

56 $C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$: 534.56

57 1-(2-Ethoxyethyl)-2-(4-methyl-1,4-diazepan-1-yl)-

58 1H-benzimidazole difumarate

59 [87233-62-3]

60 本品を乾燥したものは定量するとき、エメダスチンフマル
61 酸塩($C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.5~101.0%を含む。

62 性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

63 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エ
64 タノール(99.5)にやや溶けにくく、酢酸(100)に溶けにくい。

65 本品は結晶多形が認められる。

66 確認試験

67 (1) 本品10 mgを水10 mLに溶かす。この液2 mLに1
68 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとした液につき、紫外可視
69 吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品
70 のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者
71 のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認め
72 る。

73 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペ
74 ースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照
75 スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数の
76 ところに同様の強度の吸収を認める。

77 (3) 本品30 mgをメタノール5 mLに溶かし、試料溶液と
78 する。別に薄層クロマトグラフィー用フマル酸10 mgをメタ
79 ノール5 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、
80 薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶
81 液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリ
82 カゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。
83 次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液(90:7:3)を展開
84 溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに
85 紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た
86 原点以外のスポットと標準溶液から得たスポットの R_f 値は
87 等しい。

88 融点〈2.60〉 149~152℃

89 純度試験

90 (1) 重金属〈1.07〉 本品2.0 gをとり、第4法により操作
91 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10

1 ppm以下。
 2 (2) 類縁物質 本品10 mgを移動相10 mLに溶かし、試料
 3 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
 4 確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加
 5 えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
 6 溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
 7 フィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピ
 8 ーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエメ
 9 ダスチン及びフマル酸以外のピーク的面積は、標準溶液のエ
 10 メダスチンのピーク面積より大きくない。

11 試験条件

12 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

13 カラム：内径6.0 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 14 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 15 化シリカゲルを充填する。

16 カラム温度：40℃付近の一定温度

17 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.9 g及びラ
 18 ウリル硫酸ナトリウム2.5 gを水1000 mLに溶かした
 19 後、リン酸を加えてpH 2.4に調整する。この液550
 20 mLにアセトニトリル450 mLを加える。

21 流量：エメダスチンの保持時間が約18分になるように
 22 調整する。

23 面積測定範囲：溶媒のピークの後からエメダスチンの保
 24 持時間の約2倍の範囲

25 システム適合性

26 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 27 操作するとき、エメダスチンのピークの理論段数及び
 28 シンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、1.2以
 29 下である。

30 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 31 で試験を6回繰り返すとき、エメダスチンのピーク面
 32 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

33 (3) 残留溶媒 別に規定する。

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

35 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

36 定量法 本品を乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、酢酸(100)
 37 80 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位
 38 差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

39 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=26.73 mg C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄

40 貯法 容器 気密容器。

41 エメダスチンフマル酸塩徐放カプセル

42 Emedastine Fumarate Extended-release Capsules

43 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
 44 エメダスチンフマル酸塩(C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄ : 534.56)を
 45 含む。

46 製法 本品は「エメダスチンフマル酸塩」をとり、カプセル剤
 47 の製法により製する。

48 確認試験

49 (1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。「エメダスチ

50 ンフマル酸塩」10 mgに対応する量を取り、水10 mLを加え
 51 てよく振り混ぜた後、ろ過する。この液1滴をろ紙上にスポ
 52 ットし、噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポ
 53 ットはだいたい色を呈する。

54 (2) (1)のろ液2 mLに1 mol/L塩酸試液を加えて100 mLと
 55 した液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収ス
 56 ペクトルを測定するとき、波長278~282 nm及び284~288
 57 nmに吸収の極大を示す。

58 製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うと
 59 き、適合する。

60 本品1個をとり、移動相40 mLを加え、時々強く振り混ぜ
 61 ながら30分間超音波処理した後、1 mL中にエメダスチンフ
 62 マル酸塩(C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄)約20 μgを含む液となるよ
 63 うに移動相を加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離
 64 し、上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に
 65 加え、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

66 エメダスチンフマル酸塩(C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄)の量(mg)
 67 = M_S × Q_T / Q_S × V / 1000

68 M_S : 定量用エメダスチンフマル酸塩の秤取量(mg)

69 内標準溶液 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液(1→
 70 40000)

71 溶出性 別に規定する。

72 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量
 73 を精密に量り、粉末とする。エメダスチンフマル酸塩
 74 (C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄)約2mgに対応する量を精密に量り、
 75 移動相10 mLを加えて時々強く振り混ぜながら30分間超音
 76 波処理した後、移動相を加えて正確に100 mLとする。この
 77 液を遠心分離した後、上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶
 78 液5 mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用エメダ
 79 スチンフマル酸塩を105℃で3時間乾燥し、その約20 mgを
 80 精密に量り、移動相に溶かし、正確に100 mLとする。この
 81 液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとする。
 82 この液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、
 83 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の
 84 条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、
 85 内標準物質のピーク面積に対するエメダスチンのピーク面積
 86 の比Q_T及びQ_Sを求める。

87 エメダスチンフマル酸塩(C₁₇H₂₆N₄O · 2C₄H₄O₄)の量(mg)
 88 = M_S × Q_T / Q_S × 1 / 10

89 M_S : 定量用エメダスチンフマル酸塩の秤取量(mg)

90 内標準溶液 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液(1→
 91 40000)

92 試験条件

93 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

94 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 95 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 96 化シリカゲルを充填する。

97 カラム温度：40℃付近の一定温度

98 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.9 g及びラ
 99 ウリル硫酸ナトリウム2.5 gを水1000 mLに溶かし、

- 1 リン酸を加えてpH 2.4に調整する。この液500 mLに
2 アセトニトリル500 mLを加える。
3 流量：エメダスチンの保持時間が約6分になるように調
4 整する。
5 システム適合性
6 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
7 操作するとき、エメダスチン、内標準物質の順に溶出
8 し、その分離度は6以上である。
9 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
10 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
11 に対するエメダスチンのピーク面積の比の相対標準偏
12 差は1.0%以下である。
13 貯法 容器 気密容器。

14 オメプラゾール腸溶錠

15 Omeprazole Enteric-coated Tablets

16 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
17 オメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$: 345.42)を含む。

18 製法 本品は「オメプラゾール」をとり、錠剤の製法により製
19 する。

20 確認試験 本品を粉末とし、「オメプラゾール」10 mgに対
21 する量を取り、エタノール(95) 10 mLを加え、10分間振り
22 混ぜた後、遠心分離する。上澄液1 mLにpH 7.4のリン酸塩
23 緩衝液を加えて50 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定
24 法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長273~
25 277 nm及び299~303 nmに吸収の極大を示す。

26 製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うと
27 き、適合する。

28 本品1個をとり、四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(19→
29 5000) $V/20$ mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させる。以下
30 定量法を準用する。

31 オメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)の量(mg)

$$32 = M_5 \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

33 M_5 : 定量用オメプラゾールの秤取量(mg)

34 内標準溶液 1,2-ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶
35 液(1→400)

36 溶出性〈6.10〉 試験液に溶出試験第1液及び溶出試験第2液
37 900 mLずつを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を
38 行うとき、試験液に溶出試験第1液を用いた場合の10 mg錠
39 及び20 mg錠の120分間の溶出率はそれぞれ5%以下であり、
40 試験液に溶出試験第2液を用いた場合の10 mg錠の20分間の
41 溶出率及び20 mg錠の15分間の溶出率はそれぞれ85%以上
42 である。

43 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
44 20 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルタ
45 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液 V mLを
46 正確に量り、1 mL中にオメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)約11
47 μ gを含む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、
48 試料溶液とする。別に定量用オメプラゾールを酸化リン(V)

49 を乾燥剤として、50°Cで2時間減圧乾燥し、その約22 mgを
50 精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100 mLとす
51 る。この液5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100
52 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、
53 試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試
54 験を行う。試験液に溶出試験第1液を用いたものは波長323
55 nm、試験液に溶出試験第2液を用いたものは波長293 nmに
56 おけるそれぞれの液の吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

57 オメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$58 = M_5 \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

59 M_5 : 定量用オメプラゾールの秤取量(mg)

60 C : 1錠中のオメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)の表示量(mg)

61 定量法 本品20個をとり、四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液
62 (19→5000) $V/20$ mLを加え、よく振り混ぜて崩壊させる。
63 エタノール(95) 3 $V/5$ mLを加えて15分間振り混ぜた後、1
64 mL中にオメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)約0.4 mgを含む液と
65 なるようにエタノール(95)を加えて正確に V mLとし、遠心
66 分離する。上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液4 mLを
67 正確に加えた後、エタノール(95)/四ホウ酸ナトリウム十水
68 和物溶液(19→5000)混液(19:1)を加えて20 mLとし、試料
69 溶液とする。別に定量用オメプラゾールを酸化リン(V)を乾
70 燥剤として50°Cで2時間減圧乾燥し、その約20 mgを精密に
71 量り、エタノール(95)/四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液
72 (19→5000)混液(19:1)に溶かし、内標準溶液20 mLを正確
73 に加え、エタノール(95)/四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液
74 (19→5000)混液(19:1)を加えて100 mLとし、標準溶液とす
75 る。試料溶液及び標準溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体ク
76 ロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、内標準物質の
77 ピーク面積に対するオメプラゾールのピーク面積の比 Q_T 及
78 び Q_S を求める。

79 本品1個中のオメプラゾール($C_{17}H_{19}N_3O_3S$)の量(mg)

$$80 = M_5 \times Q_T / Q_S \times V / 1000$$

81 M_5 : 定量用オメプラゾールの秤取量(mg)

82 内標準溶液 1,2-ジニトロベンゼンのエタノール(95)溶
83 液(1→400)

84 試験条件

85 検出器：紫外吸光度計(測定波長：280 nm)

86 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
87 μ mの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ
88 リカゲルを充填する。

89 カラム温度：25°C付近の一定温度

90 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.83 g及び
91 リン酸二水素ナトリウム二水和物0.21 gを水に溶かし
92 て1000 mLとした液に、薄めたリン酸(1→100)を加え
93 てpH 7.6に調整する。この液290 mLにアセトニトリ
94 ル110 mLを加える。

95 流量：オメプラゾールの保持時間が約8分になるように
96 調整する。

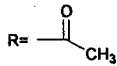
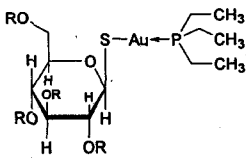
97 システム適合性

98 システムの性能：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で
99 操作するとき、オメプラゾール、内標準物質の順に溶

- 1 出し、その分離度は10以上である。
 2 システムの再現性：標準溶液5 μLにつき、上記の条件
 3 で試験を6回繰り返すと、内標準物質のピーク面積
 4 に対するオメブラゾールのピーク面積の比の相対標準
 5 偏差は1.0%以下である。
 6 貯法 容器 気密容器。

7 **オーラノフィン**

8 Auranofin



- 10 C₂₀H₃₄AuO₉PS : 678.48
 11 (2,3,4,6-Tetra-O-acetyl-1-thio-
 12 β-D-glucopyranosato)(triethylphosphine)gold
 13 [34031-32-8]

14 本品を乾燥したものは定量するとき、オーラノフィン
 15 (C₂₀H₃₄AuO₉PS) 98.0~102.0%を含む。

16 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

17 本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノールに溶
 18 けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとん
 19 ど溶けない。

20 本品は結晶多形が認められる。

21 確認試験

22 (1) 本品50 mgに水3 mL、硝酸3 mL及び硫酸3 mLを加え
 23 て振り混ぜ、放置するとき、金色の浮遊物を生じる。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ
 25 ースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照
 26 スペクトル又はオーラノフィン標準品のスペクトルを比較す
 27 るとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度
 28 の吸収を認める。

29 (3) 本品1 mgをとり、水10 mLを吸収液とし、酸素フラ
 30 スコ燃焼法(1.06)により操作し、検液を調製する。検液を
 31 水でネスラー管に洗い込み、30 mLとする。この液に希硫酸
 32 10 mL、七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液3 mL及
 33 び塩化スズ(II)試液0.1 mLを加えて振り混ぜ、10~15分間
 34 放置するとき、液は青色を呈する。

35 旋光度(2.49) [α]_D²⁰ : -54.0~-62.0° (乾燥後、0.2 g、メ
 36 タノール、20 mL、100 mm)。

37 融点(2.60) 113~116°C

38 純度試験

39 (1) 塩化物(1.03) 本品0.5 gを磁製するつばにとり、無水
 40 炭酸ナトリウム0.25 gを加え、よくかき混ぜた後、炭化物が
 41 なくなるまで加熱する。冷後、水20 mLを加え、加熱し、冷
 42 後、ろ過し、残留物を水20 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わ
 43 せ、希硝酸で中和した後、希硝酸6 mL及び水を加えて50

44 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は無水炭
 45 酸ナトリウム0.25 gを水20 mLに溶かし、希硝酸で中和した
 46 後、0.01 mol/L塩酸0.50 mL、希硝酸6 mL及び水を加えて
 47 50 mLとする(0.036%以下)。

48 (2) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、第2法により操作
 49 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20
 50 ppm以下)。

51 (3) ヒ素(1.11) 本品0.5 gをケルダールフラスコに入れ、
 52 硫酸2 mL及び硝酸5 mLを注意しながら加え、液がほとんど
 53 無色となるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム一水
 54 和物飽和溶液15 mLを加え、白煙が生じるまで加熱濃縮して
 55 1~2 mLとする。これに水3 mL及びメチルオレンジ試液1滴
 56 を加え、アンモニア水(28)で中和した後、ろ過する。これを
 57 検液とし、試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

58 標準色：硫酸2 mL及び硝酸5 mLを発煙がほとんど生じな
 59 くなるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム一水
 60 和物飽和溶液15 mLを加え、白煙が生じるまで加熱濃縮
 61 して1~2 mLとする。これに水3 mL及びメチルオレンジ
 62 試液1滴を加え、アンモニア水(28)で中和した後、ろ
 63 過し、ヒ素標準液2.0 mLを加え、以下検液の試験と同
 64 様に操作する(4 ppm以下)。

65 (4) 類縁物質 本品50 mgをクロロホルム5 mLに溶かし、
 66 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、クロロホルム
 67 を加えて正確に100 mLとする。この液3 mLを正確に量り、
 68 クロロホルムを加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。
 69 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
 70 試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを薄層クロマ
 71 トグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポッ
 72 トする。次にクロロホルム/アセトン混液(4:1)を展開溶媒
 73 として約10 cm展開した後、薄層板を風乾し、更に80°Cで30
 74 分間乾燥する。冷後、これをヨウ素蒸気中に30分間放置す
 75 るとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標
 76 準溶液から得たスポットより濃くない。

77 (5) 残留溶媒 別に規定する。

78 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

79 定量法 本品及びオーラノフィン標準品を乾燥し、その約20
 80 mgずつを精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液
 81 (1:1) 10 mLに溶かし、それぞれに内標準溶液5 mLを正確
 82 に加え、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて100 mLと
 83 し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
 84 10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に
 85 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するオーラノ
 86 フィンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

87 オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)の量(mg) = M_S × Q_T / Q_S

88 M_S : オーラノフィン標準品の秤取量(mg)

89 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの水/アセトニト
 90 リル混液(1:1)溶液(3→1250)

91 試験条件

92 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)

93 カラム：内径4 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μm
 94 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
 95 リカゲルを充填する。

- 1 カラム温度：25℃付近の一定温度
 2 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物溶液(1→100)
 3 /テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液(12：
 4 5：3)
 5 流量：オーラノフィンの保持時間が約6分になるように
 6 調整する。
 7 システム適合性
 8 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 9 操作するとき、オーラノフィン、内標準物質の順に溶
 10 出し、その分離度は9以上である。
 11 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 12 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 13 に対するオーラノフィンのピーク面積の比の相対標準
 14 偏差は1.0%以下である。
 15 貯法 容器 気密容器。

16 オーラノフィン錠

17 Auranofin Tablets

- 18 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する
 19 オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS：678.48)を含む。

20 製法 本品は「オーラノフィン」をとり、錠剤の製法により製
 21 する。

22 確認試験 本品を粉末とし、「オーラノフィン」11 mgに対応
 23 する量を取り、磁製るつぼに入れ、弱く加熱して炭化する。
 24 冷後、硝酸2 mL及び硫酸5滴を加え、注意して加熱した後、
 25 強熱し、灰化する。冷後、残留物に王水4 mLを加え、わず
 26 かに加温して溶かし、水16 mLを加える。この液5 mLに塩
 27 化スズ(II)試液0.5 mLを加えるとき、液は紫色～赤褐色を呈
 28 する。

29 製剤均一性 <6.02> 次の方法により含量均一性試験を行うと
 30 き、適合する。

31 本品1個をとり、水2 mLを加え、超音波処理により崩壊さ
 32 せた後、オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS) 3 mg当たり内標準
 33 溶液2 mLを正確に加え、水/アセトニトリル混液(1：1) 2
 34 mLを加えて15分間振り混ぜた後、1 mL中にオーラノフィ
 35 ン(C₂₀H₃₄AuO₉PS) 0.3 mgを含む液となるように水/アセト
 36 ニトリル混液(1：1)を加えてV mLとする。この液を遠心分
 37 離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

38 オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)の量(mg)

$$39 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$$

40 M_S：オーラノフィン標準品の秤取量(mg)

41 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル
 42 溶液(9→10000)

43 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
 44 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
 45 85%以上である。

46 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 47 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
 48 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mL
 49 を正確に量り、1 mL中にオーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)約

50 3.3 μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、
 51 試料溶液とする。別にオーラノフィン標準品を105℃で3時
 52 間乾燥し、その約30 mgを精密に量り、アセトニトリルに溶
 53 かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水
 54 を加えて正確に100 mLとする。さらにこの液10 mLを正確
 55 に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。
 56 試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり、次の条件で
 57 液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞ
 58 れの液のオーラノフィンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

59 オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)の表示量に対する溶出率
 60 (%)

$$61 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

62 M_S：オーラノフィン標準品の秤取量(mg)

63 C：1錠中のオーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)の表示量(mg)

64 試験条件：

65 「オーラノフィン」の定量法の試験条件を準用する。

66 システム適合性

67 システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で
 68 操作するとき、オーラノフィンのピークの理論段数及
 69 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以
 70 下である。

71 システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件
 72 で試験を6回繰り返すとき、オーラノフィンのピーク
 73 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

74 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
 75 とする。オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)約60 mgに対応す
 76 る量を精密に量り、水40 mLを加え、超音波処理した後、内
 77 標準溶液40 mLを正確に加え、更に水/アセトニトリル混液
 78 (1：1) 40 mLを加えて15分間振り混ぜる。この液に水/ア
 79 セトニトリル混液(1：1)を加えて200 mLとした後、遠心分
 80 離し、上澄液を試料溶液とする。別にオーラノフィン標準品
 81 を105℃で3時間乾燥し、その約30 mgを精密に量り、水/
 82 アセトニトリル混液(1：1) 60 mLに溶かし、内標準溶液20
 83 mLを正確に加え、更に水を加えて100 mLとし、標準溶液
 84 とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の条件で液
 85 体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、内標準物
 86 質のピーク面積に対するオーラノフィンのピーク面積の比
 87 Q_T及びQ_Sを求める。

88 オーラノフィン(C₂₀H₃₄AuO₉PS)の量(mg)

$$89 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

90 M_S：オーラノフィン標準品の秤取量(mg)

91 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル
 92 溶液(9→10000)

93 試験条件

94 「オーラノフィン」の定量法の試験条件を準用する。

95 システム適合性

96 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 97 操作するとき、オーラノフィン、内標準物質の順に溶
 98 出し、その分離度は9以上である。

99 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 100 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

- 1 に対するオーラノフィンのピーク面積の比の相対標準
2 偏差は1.0%以下である。
3 貯法 容器 気密容器。

4 カナマイシン硫酸塩

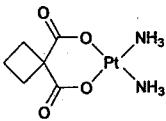
- 5 純度試験の項(1)の目を次のように改める。

6 純度試験

- 7 (1) 溶状 本品1.5 gを水5 mLに溶かすとき、液は澄明で
8 ある。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により
9 試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.15以下で
10 ある。

11 カルボプラチン

12 Carboplatin



- 13
14 $C_6H_{12}N_2O_4Pt$: 371.25
15 (SP-4-2)-Diammine[cyclobutan-1,1-dicarboxylato(2-)-O,O']platinum
16 [41575-94-4]

- 17 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、カルボプラ
18 チン($C_6H_{12}N_2O_4Pt$) 98.5~101.0%を含む。

- 19 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

- 20 本品は水にやや溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶
21 けにくい。

- 22 融点：約200℃(分解)。

23 確認試験

- 24 (1) 本品の水溶液(1→100)2 mLに薄めた塩化スズ(II)試液
25 (1→15) 2~3滴を加えて30分間放置するとき、帯黄褐色の沈
26 殿を生じる。

- 27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
28 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
29 品の参照スペクトル又はカルボプラチン標準品のスペクトル
30 を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同
31 様の強度の吸収を認める。

- 32 pH(2.54) 本品0.10 gを水10 mLに溶かした液のpHは5.0~
33 7.0である。

34 純度試験

- 35 (1) 1,1-シクロブタンジカルボン酸 本品約40 mgを精
36 密に量り、移動相に溶かし、正確に20 mLとし、試料溶液と
37 する。別に1,1-シクロブタンジカルボン酸約25 mgを精密
38 に量り、移動相に溶かし、正確に100 mLとする。この液4
39 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準
40 溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μ Lずつを正確にとり、
41 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行
42 う。それぞれの液の1,1-シクロブタンジカルボン酸のピー

- 43 ク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により1,1-シクロブタンジ
44 カルボン酸の量を求めるとき、0.2%以下である。

- 45 1,1-シクロブタンジカルボン酸の量(%)

- 46 $= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 8 / 5$

- 47 M_S : 1,1-シクロブタンジカルボン酸の秤取量(mg)

- 48 M_T : 本品の秤取量(mg)

49 試験条件

- 50 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

- 51 カラム：内径4.0 mm、長さ30 cmのステンレス管に7
52 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
53 化シリカゲルを充填する。

- 54 カラム温度：35℃付近の一定温度

- 55 移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム8.5 gを水
56 80 mLに溶かし、リン酸3.4 mLを加えた後、水酸化
57 ナトリウム溶液(43→100)を加えてpH 7.5に調整する。
58 この液10 mLに水430 mL及びアセトニトリル60 mL
59 を加える。

- 60 流量：1,1-シクロブタンジカルボン酸の保持時間が約5
61 分になるように調整する。

62 システム適合性

- 63 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
64 えて正確に10 mLとする。この液25 μ Lから得た1,1
65 -シクロブタンジカルボン酸のピーク面積が、標準溶
66 液の1,1-シクロブタンジカルボン酸のピーク面積の
67 14~26%になることを確認する。

- 68 システムの性能：1,1-シクロブタンジカルボン酸及び
69 シクロブタンカルボン酸25 mgずつを水100 mLに溶
70 かす。この液10 mLをとり、移動相を加えて25 mLと
71 する。この液25 μ Lにつき、上記の条件で操作すると
72 き、シクロブタンカルボン酸、1,1-シクロブタンジ
73 カルボン酸の順に溶出し、その分離度は3以上である。
74 システムの再現性：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件
75 で試験を6回繰り返すとき、1,1-シクロブタンジカル
76 ボン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
77 る。

- (2) 類縁物質 本品25 mgを水25 mLに溶かし、試料溶液
とする。試料溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマト
グラフィー(2.01)により試験を行い、各々のピーク面積を自
動積分法により測定する。面積百分率法によりそれらの量を
求めるとき、カルボプラチンに対する相対保持時間約0.8の
ピーク面積は0.25%以下、カルボプラチン及び上記のピーク
以外のピークの面積はそれぞれ0.1%以下である。また、カ
ルボプラチン以外のピークの合計面積は0.5%以下である。

86 試験条件

- 87 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B及び
88 流量は定量法の試験条件を準用する。

- 89 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
90 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 15	100	0
15 ~ 35	100 → 0	0 → 100
35 ~ 50	0	100

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 15	100	0
15 ~ 35	100 → 0	0 → 100

1 面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルボプラチンの
2 保持時間の約2.5倍の範囲

3 システム適合性

4 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。
5 検出の確認：試料溶液1 mLに水を加えて100 mLとし、
6 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試
7 験用溶液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に20
8 mLとする。この液10 μ Lから得たカルボプラチンの
9 ピーク面積が、システム適合性試験用溶液のカルボ
10 プラチンのピーク面積の3.5~6.5%になることを確認す
11 る。

12 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lに
13 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、カルボ
14 プラチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で
15 ある。

16 (3) 残留溶媒 別に規定する。

17 乾燥減量 <2.41> 0.1%以下(0.5 g, 105°C, 4時間)。

18 定量法 本品及びカルボプラチン標準品(別途本品と同様の条
19 件で乾燥減量 <2.41> を測定しておく)約25 mgずつを精密に
20 量り、それぞれを水に溶かし、正確に25 mLとし、試料溶液
21 及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正
22 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> によ
23 り試験を行い、それぞれの液のカルボプラチンのピーク面積
24 A_T 及び A_S を測定する。

25 カルボプラチン($C_6H_{12}N_2O_4Pt$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S$

26 M_S ：乾燥物に換算したカルボプラチン標準品の秤取量
27 (mg)

28 試験条件

29 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)
30 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
31 μ mの液体クロマトグラフィー用フェニルヘキシルシ
32 リル化シリカゲルを充填する。

33 カラム温度：27°C付近の一定温度

34 移動相A：硫酸水素テトラブチルアンモニウム8.5 gを水
35 80 mLに溶かし、リン酸3.4 mLを加えた後、水酸化
36 ナトリウム溶液(43→100)を加えてpH 7.5に調整する。
37 この液20 mLに水を加えて1000 mLとする。

38 移動相B：硫酸水素テトラブチルアンモニウム8.5 gを水
39 80 mLに溶かし、リン酸3.4 mLを加えた後、水酸化
40 ナトリウム溶液(43→100)を加えてpH 7.5に調整する。
41 この液20 mLに水を加えて800 mLとし、アセトニ
42 トリル200 mLを加える。

43 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
44 うに変えて濃度勾配制御する。

45 流量：毎分0.5 mL

46 システム適合性

47 システムの性能：標準溶液9 mLに薄めた過酸化水素試
48 液(1→60)1 mLを加え、室温で1時間以上放置する。
49 この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、カル
50 ボプラチンとカルボプラチンに対する相対保持時間
51 約0.93のピークの分離度は1.2以上である。

52 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
53 で試験を6回繰り返すとき、カルボプラチンのピーク
54 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

55 貯法

56 保存条件 遮光して保存する。

57 容器 気密容器。

58 カルボプラチン注射液

59 Carboplatin Injection

60 本品は水性の注射剤である。

61 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
62 カルボプラチン($C_6H_{12}N_2O_4Pt$ ：371.25)を含む。

63 製法 本品は「カルボプラチン」をとり、注射剤の製法により
64 製する。

65 性状 本品は無色~微黄色澄明の液である。

66 確認試験

67 (1) 本品の「カルボプラチン」20 mgに対応する容量をと
68 り、薄めた塩化スズ(II)試液(1→15) 2~3滴を加えて30分間
69 放置するとき、帯黄褐色の沈殿を生じる。

70 (2) 本品の「カルボプラチン」10 mgに対応する容量をと
71 り、30°C以下の水浴中で減圧留去して得た残留物につき、
72 赤外吸収スペクトル測定法 <2.25> の臭化カリウム錠剤法に
73 より測定するとき、波数3270 cm^{-1} 、2990 cm^{-1} 、2960 cm^{-1} 、
74 1645 cm^{-1} 、1610 cm^{-1} 、1381 cm^{-1} 及び1348 cm^{-1} 付近に吸収
75 を認める。

76 pH 別に規定する。

77 純度試験

78 (1) 1,1-シクロブタンジカルボン酸 本品の「カルボ
79 プラチン」20 mgに対応する容量を正確に量り、移動相を加
80 えて正確に10 mLとし、試料溶液とする。別に1,1-シクロ
81 ブタンジカルボン酸約25 mgを精密に量り、移動相に溶かし、
82 正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、移動相を
83 加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
84 準溶液25 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
85 ラフィー <2.01> により試験を行う。それぞれの液の1,1-シ
86 クロブタンジカルボン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、
87 次式により、1,1-シクロブタンジカルボン酸の量を求める
88 とき、0.7%以下である。

89 1,1-シクロブタンジカルボン酸の量(%)

90 $= M_S \times A_T / A_S \times 1/25$

1 M_S : 1,1-シクロブタンジカルボン酸の秤取量(mg)

2 試験条件

3 「カルボプラチン」の純度試験(1)の試験条件を準用す

4 る。

5 システム適合性

6 「カルボプラチン」の純度試験(1)のシステム適合性を

7 準用する。

8 (2) 類縁物質 本品の「カルボプラチン」10 mgに対応す

9 る容量をとり、水を加えて10 mLとし、試料溶液とする。試

10 料溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー

11 <2.01>により試験を行い、各々のピーク面積を自動積分法に

12 より測定する。面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、

13 カルボプラチン以外のピークの合計面積は2.0%以下である。

14 試験条件

15 検出器、カラム、カラム温度、移動相A、移動相B及び

16 流量は「カルボプラチン」の定量法の試験条件を準用

17 する。

18 移動相の送液及び面積測定範囲は、「カルボプラチン」

19 の純度試験(2)の試験条件を準用する。

20 システム適合性

21 システムの性能は「カルボプラチン」の定量法のシステ

22 ム適合性を準用する。

23 検出の確認及びシステムの再現性は「カルボプラチン」

24 の純度試験(2)のシステム適合性を準用する。

25 エンドトキシン <4.01> 0.2 EU/mg未満。

26 採取容量 <6.05> 試験を行うとき、適合する。

27 不溶性異物 <6.06> 第1法により試験を行うとき、適合する。

28 不溶性微粒子 <6.07> 試験を行うとき、適合する。

29 無菌 <4.06> メンブランフィルター法により試験を行うとき、

30 適合する。

31 定量法 本品のカルボプラチン($C_6H_{12}N_2O_4Pt$)約20 mgに対応

32 する容量を正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、試料

33 溶液とする。別にカルボプラチン標準品(別途「カルボプラ

34 チン」と同様の条件で乾燥減量 <2.41> を測定しておく)約25

35 mgを精密に量り、水に溶かし、正確に25 mLとし、標準溶

36 液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、

37 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01>により試験を行

38 い、それぞれの液のカルボプラチンのピーク面積 A_T 及び A_S

39 を測定する。

40 カルボプラチン($C_6H_{12}N_2O_4Pt$)の量(mg)

41 $= M_S \times A_T / A_S \times 4 / 5$

42 M_S : 乾燥物に換算したカルボプラチン標準品の秤取量

43 (mg)

44 試験条件

45 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230 nm)

46 カラム: 内径4.0 mm, 長さ25 cmのステンレス管に10

47 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

48 化シリカゲルを充填する。

49 カラム温度: 35°C付近の一定温度

50 移動相: 硫酸水素テトラブチルアンモニウム8.5 gを水

51 80 mLに溶かし、リン酸3.4 mLを加えた後、水酸化

52 ナトリウム溶液(43→100)を加えてpH 7.5に調整する。

53 この液10 mLに水880 mL及びアセトニトリル10 mL

54 を加える。

55 流量: カルボプラチンの保持時間が約4分になるように

56 調整する。

57 システム適合性

58 システムの性能: カルボプラチン25 mgを水20 mLに溶

59 かし液に、1,3-フェニレンジアミン塩酸塩65 mg

60 を水50 mLに溶かし液2.5 mLを加えた後、水を加

61 えて25 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件

62 で操作するとき、カルボプラチン、1,3-フェニレン

63 ジアミンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

64 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件

65 で試験を6回繰り返すとき、カルボプラチンのピーク

66 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

67 貯法

68 保存条件: 遮光して保存する。

69 容器: 密封容器。

70 有効期間: 製造後24箇月。

71 **カンデサルタン シレキセチル**

72 性状の項を次のように改める。

73 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

74 本品は酢酸(100)にやや溶けやすく、メタノールにやや溶

75 けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶

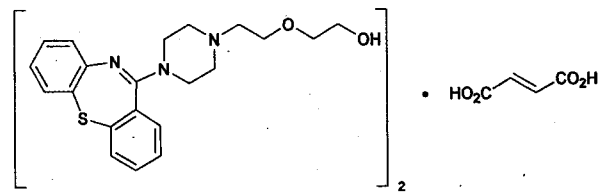
76 けない。

77 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

78 本品は結晶多形が認められる。

79 **クエチアピン fumarate**

80 Quetiapine Fumarate



82 $(C_{21}H_{25}N_3O_2S)_2 \cdot C_4H_4O_4$: 883.09

83 2-[2-(4-Dibenzo[*b,f*][1,4]thiazepin-11-ylpiperazin-

84 1-yl)ethoxy]ethanol hemifumarate

85 [111974-72-2]

86 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クエチアピ

87 ン fumarate $[(C_{21}H_{25}N_3O_2S)_2 \cdot C_4H_4O_4]$ 98.0~102.0%を含

88 む。

89 性状 本品は白色の粉末である。

90 本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール

91 (99.5)に溶けにくい。

92 確認試験

(1) 本品の水/アセトニソリル混液(1:1)溶液(3→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクエチアピソフマル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はクエチアピソフマル酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品40 mg及び薄層クロマトグラフィー用フマル酸10 mgをそれぞれメタノール10 mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液(90:7:3)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得たスポットのうちR_f値が大きい方のスポットは、標準溶液から得たスポットとR_f値が等しい。

純度試験

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

(2) 類縁物質

(i) 本品20 mgに移動相30 mLを加え、超音波処理して溶かし、移動相を加えて50 mLとし、試料溶液とする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、次式により個々の類縁物質の量を求めるとき、0.10%以下である。ただし、クエチアピソに対する相対保持時間約0.5及び約0.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.6及び0.9を乗じた値とする。

$$\text{個々の類縁物質の量(\%)} = A_T / A_S \times 1/2$$

A_S: 標準溶液のクエチアピソのピーク面積

A_T: 試料溶液のクエチアピソ以外の個々のピーク面積

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からクエチアピソの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとする。この液50 µLから得たクエチアピソのピーク面積が、標準溶液のクエチアピソのピーク面積の7~13%になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件で

操作するとき、クエチアピソのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クエチアピソのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(ii) 本品20 mgにアセトニソリル/水/移動相混液(2:1:1) 30 mLを加え、超音波処理して溶かし、アセトニソリル/水/移動相混液(2:1:1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。この液5 mLを正確に量り、アセトニソリル/水/移動相混液(2:1:1)を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、アセトニソリル/水/移動相混液(2:1:1)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、次式により個々の類縁物質の量を求めるとき、0.10%以下である。ただし、クエチアピソに対する相対保持時間約1.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.8を乗じた値とする。

$$\text{個々の類縁物質の量(\%)} = A_T / A_S \times 1/2$$

A_S: 標準溶液のクエチアピソのピーク面積

A_T: 試料溶液のクエチアピソ以外の個々のピーク面積

試験条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 250 nm)

カラム: 内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5 µmの液体クロマトグラフィー用オクテシルシリカゲルを充填する。

カラム温度: 25℃付近の一定温度

移動相: メタノール/リン酸水素二アンモニウム溶液(33→12500)/アセトニソリル混液(70:21:9)

流量: クエチアピソの保持時間が約3.5分になるように調整する。

面積測定範囲: クエチアピソの保持時間の約1.2倍からクエチアピソの保持時間の約8倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液5 mLを正確に量り、アセトニソリル/水/移動相混液(2:1:1)を加えて正確に50 mLとする。この液50 µLから得たクエチアピソのピーク面積が、標準溶液のクエチアピソのピーク面積の7~13%になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件で操作するとき、クエチアピソのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クエチアピソのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(iii) (i)及び(ii)で求めた類縁物質の合計量は0.5%以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分(2.48) 0.5%以下(本品約0.1 gを精密に量り、遠心沈殿管にとり、水分測定用メタノール4 mLを正確に加えて1分間

1 激しく振り混ぜた後、毎分2000回転で5分間遠心分離する。
2 上澄液1 mLを正確に量り、試験を行う。同様の方法で空試
3 験を行い、補正する。電量測定法)。

4 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。
5 定量法 本品及びクエチアピソマル酸塩標準品(別途本品と
6 同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgずつを精
7 密に量り、それぞれに移動相60 mLを加え、超音波処理して
8 溶かし、移動相を加えて正確に100 mLとする。これらの液
9 10 mLをそれぞれ正確に量り、移動相を加えて正確に25 mL
10 とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
11 50 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
12 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のクエチアピソ
13 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

14 クエチアピソマル酸塩[(C₂₁H₂₅N₃O₂S)₂・C₄H₄O₄]の量(mg)
15 $=M_S \times A_T / A_S$

16 M_S : 脱水物に換算したクエチアピソマル酸標準品の秤
17 取量(mg)

18 試験条件

19 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230 nm)
20 カラム: 内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
21 µmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ
22 リカゲルを充填する。

23 カラム温度: 25℃付近の一定温度

24 移動相: リン酸水素二アンモニウム2.6 gを水1000 mL
25 に溶かし、リン酸を加えてpH 6.5に調整した液39容
26 量にメタノール54容量及びアセトニトリル7容量を加
27 える。

28 流量: クエチアピソの保持時間が約15分になるように
29 調整する。

30 システム適合性

31 システムの性能: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件で
32 操作するとき、クエチアピソのピークの理論段数及び
33 シンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下
34 である。

35 システムの再現性: 標準溶液50 µLにつき、上記の条件
36 で試験を6回繰り返すとき、クエチアピソのピーク面
37 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

38 貯法 容器 気密容器。

39 クエチアピソマル酸塩細粒

40 Quetiapine Fumarate Fine Granules

41 本品は定量するとき、表示量の95.0~105.0%に対応する
42 クエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S: 383.51)を含む。

43 製法 本品は「クエチアピソマル酸塩」をとり、顆粒剤の
44 製法により製する。

45 確認試験 本品を粉末とし、クエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S) 12.5
46 mgに対応する量を取り、水/アセトニトリル混液(1: 1) 60
47 mLを加えて振り混ぜ、水/アセトニトリル混液(1: 1)を加
48 えて100 mLとし、ろ過する。ろ液3 mLに水/アセトニトリ
49 ル混液(1: 1)を加えて25 mLとした液につき、紫外可視吸光

50 度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波
51 長290~296 nmに吸収の極大を示す。

52 溶出性〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
53 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は
54 80%以上である。

55 本品のクエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S)約0.1 gに対応する量を
56 精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液10 mL
57 以上をとり、孔径1.0 µm以下のメンブランフィルターでろ
58 過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液4 mLを正確に量
59 り、水を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にク
60 エチアピソマル酸塩標準品(別途「クエチアピソマル酸
61 塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約32 mgを
62 精密に量り、水に溶かし、正確に50 mLとする。この液4
63 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶
64 液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測
65 定法〈2.24〉により試験を行い、波長289 nmにおける吸光度
66 A_T 及び A_S を測定する。

67 クエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S)の表示量に対する溶出率(%)

68 $=M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360 \times 0.869$

69 M_S : 脱水物に換算したクエチアピソマル酸塩標準品の
70 秤取量(mg)

71 M_T : 本品の秤取量(g)

72 C : 1 g中のクエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S)の表示量(mg)

73 定量法 本品のクエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S)約0.25 gに対応す
74 る量を精密に量り、水10 mLを加えて15分間放置する。こ
75 の液に移動相100 mLを加えて15分間振り混ぜ、移動相を加
76 えて正確に200 mLとする。この液をよくかき混ぜ、15分間
77 放置した後、上澄液6 mLを正確に量り、移動相を加えて正
78 確に50 mLとし、孔径0.45 µm以下のメンブランフィルター
79 でろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試料溶液
80 とする。別にクエチアピソマル酸塩標準品(別途「クエチ
81 アピソマル酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定して
82 おく)約17 mgを精密に量り、移動相60 mLを加え、超音波
83 処理して溶かし、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準
84 溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 µLずつを正確にとり、
85 次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行
86 い、それぞれの液のクエチアピソのピーク面積 A_T 及び A_S を
87 測定する。

88 クエチアピソ(C₂₁H₂₅N₃O₂S)の量(mg)

89 $=M_S \times A_T / A_S \times 50 / 3 \times 0.869$

90 M_S : 脱水物に換算したクエチアピソマル酸塩標準品の
91 秤取量(mg)

92 試験条件

93 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230 nm)

94 カラム: 内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
95 µmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ
96 リカゲルを充填する。

97 カラム温度: 25℃付近の一定温度

98 移動相: メタノール/リン酸水素二アンモニウム溶液
99 (33→12500)/アセトニトリル混液(54: 39: 7)

100 流量: クエチアピソの保持時間が約15分になるように

- 1 調整する。
 2 システム適合性
 3 システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で
 4 操作するとき、クエチアピソのピークの理論段数及び
 5 シンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下
 6 である。
 7 システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件
 8 で試験を6回繰り返すとき、クエチアピソのピーク面
 9 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

10 貯法 容器 気密容器。

11 クエチアピソマル酸塩錠

12 Quetiapine Fumarate Tablets

13 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
 14 クエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$; 383.51)を含む。

15 製法 本品は「クエチアピソマル酸塩」をとり、錠剤の製法
 16 により製する。

17 確認試験 本品を粉末とし、クエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$) 12.5
 18 mgに対応する量を取り、水5 mLを加えて振り混ぜ、水/ア
 19 セトニトリル混液(1:1) 60 mLを加えて振り混ぜた後、水
 20 /アセトニトリル混液(1:1)を加えて100 mLとし、ろ過す
 21 る。ろ液3 mLに、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて
 22 25 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ
 23 り吸収スペクトルを測定するとき、波長290～296 nmに吸
 24 収の極大を示す。

25 純度試験 類縁物質 本品10個をとり、水10 mLを加えて15
 26 分間放置し、25分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混
 27 液(1:1)を加えて正確に200 mLとし、4時間かき混ぜる。15
 28 分間放置した後、この液3 mLを正確に量り、1 mL中にクエ
 29 チアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)約0.15 mgを含む液となるように移
 30 動相を加え、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ
 31 過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とす
 32 る。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100
 33 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μLづ
 34 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 35 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面
 36 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクエチアピ
 37 ソに対する相対保持時間約0.6のピーク面積は、標準溶液の
 38 クエチアピソのピーク面積の1/5より大きくなく、試料溶
 39 液のクエチアピソ及び上記のピーク以外のピークの面積は、
 40 標準溶液のクエチアピソのピーク面積の1/10より大きく
 41 ない。また、クエチアピソ及びクエチアピソに対する相対保
 42 持時間約0.6のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液の
 43 クエチアピソのピーク面積の1/5より大きくない。

44 試験条件

45 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
 46 の試験条件を準用する。

47 面積測定範囲：フマル酸のピークの後ろからクエチアピ
 48 ソの保持時間の約2.3倍の範囲

49 システム適合性

50 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、移動相を加

51 えて正確に50 mLとする。この液50 μLから得たクエ
 52 チアピソのピーク面積が、標準溶液のクエチアピソの
 53 ピーク面積の7～13%になることを確認する。

54 システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で
 55 操作するとき、クエチアピソのピークの理論段数及び
 56 シンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下
 57 である。

58 システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件
 59 で試験を6回繰り返すとき、クエチアピソのピーク面
 60 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

61 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
 62 き、適合する。

63 本品1個をとり、水5 mLを加えて15分間放置し、25分間
 64 振り混ぜ、水/アセトニトリル混液(1:1) 30 mLを加えて
 65 振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確
 66 に50 mLとし、4時間かき混ぜる。15分間放置した後、この
 67 液8 mLを正確に量り、1 mL中にクエチアピソ
 68 ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)約0.16 mgを含む液となるように移動相を加
 69 えて正確にV mLとし、孔径0.45 μm以下のメンブランフィ
 70 ルターでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試
 71 料溶液とする。別にクエチアピソマル酸塩標準品(別途
 72 「クエチアピソマル酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を
 73 測定しておく)約18 mgを精密に量り、移動相60 mLを加え、
 74 超音波処理して溶かし、移動相を加えて正確に100 mLとし、
 75 標準溶液とする。以下定量法を準用する。

76 クエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)の量(mg)
 77 $=M_S \times A_T / A_S \times V / 16 \times 0.869$

78 M_S : 脱水物に換算したクエチアピソマル酸塩標準品の
 79 秤取量(mg)

80 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
 81 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は
 82 75%以上である。

83 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 84 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
 85 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液V mLを正
 86 確に量り、1 mL中にクエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)約14 μgを
 87 含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし、試
 88 料溶液とする。別にクエチアピソマル酸塩標準品(別途
 89 「クエチアピソマル酸塩」と同様の方法で水分(2.48)を
 90 測定しておく)約20 mgを精密に量り、移動相60 mLを加え、
 91 超音波処理して溶かし、正確に100 mLとする。この液8 mL
 92 を正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶
 93 液とする。試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり、
 94 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行
 95 い、それぞれの液のクエチアピソのピーク面積 A_T 及び A_S を
 96 測定する。

97 クエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)の表示量に対する溶出率(%)
 98 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72 \times 0.869$

99 M_S : 脱水物に換算したクエチアピソマル酸塩標準品の
 100 秤取量(mg)

101 C: 1錠中のクエチアピソ($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)
 カラム：内径4 mm、長さ8 cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する。
 カラム温度：25℃付近の一定温度
 移動相：メタノール/リン酸水素二アンモニウム溶液(33→12500)/アセトニトリル混液(54：39：7)
 流量：クエチアピンの保持時間が約4分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クエチアピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ1400段以上、1.5以下である。

システムの再現性：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クエチアピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

定量法 本品20個をとり、水20 mLを加えて15分間放置し、25分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に500 mLとし、4時間かき混ぜる。15分間放置した後、この液4 mLを正確に量り、1 mL中にクエチアピン($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)約0.16 mgを含む液となるように移動相を加えて正確にV mLとする。この液を孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にクエチアピンスルホン酸塩標準品(別途「クエチアピンスルホン酸塩」と同様の方法で水分<2.48>を測定しておく)約18 mgを精密に量り、移動相を60 mL加え、超音波処理して溶かし、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行い、それぞれの液のクエチアピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品1個中のクエチアピン($C_{21}H_{25}N_3O_2S$)の量(mg)
 $=M_S \times A_T / A_S \times V / 16 \times 0.869$

M_S ：脱水物に換算したクエチアピンスルホン酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)
 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する。
 カラム温度：25℃付近の一定温度
 移動相：メタノール/リン酸水素二アンモニウム溶液(33→12500)/アセトニトリル混液(54：39：7)
 流量：クエチアピンの保持時間が約15分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クエチアピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下である。

システムの再現性：標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クエチアピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

貯法 容器 気密容器。

無水クエン酸

性状の項以下を次のように改める。

◆性状 本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすい。◆

確認試験 本品を105℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法<2.25>の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品2.0 gを水に溶かして10 mLとするとき、液は澄明で、その色は水と同じか、又は次の比較液(1)、比較液(2)又は比較液(3)より濃くない。

比較液(1)：塩化コバルト(II)の色の比較原液1.5 mL及び塩化鉄(III)の色の比較原液6.0 mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて1000 mLとする。

比較液(2)：塩化コバルト(II)の色の比較原液2.5 mL、塩化鉄(III)の色の比較原液6.0 mL及び硫酸銅(II)の色の比較原液1.0 mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて1000 mLとする。

比較液(3)：塩化コバルト(II)の色の比較原液0.15 mL、塩化鉄(III)の色の比較原液7.2 mL及び硫酸銅(II)の色の比較原液0.15 mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて1000 mLとする。

(2) 硫酸塩 本品2.0 gを水に溶かして30 mLとし、試料溶液とする。別に硫酸カリウム0.181 gを薄めたエタノール(3→10)に溶かし、正確に500 mLとする。この液5 mLを正確に量り、薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100 mLとする。この液4.5 mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4) 3 mLを加えて振り混ぜ、1分間放置する。この液2.5 mLに試料溶液15 mL及び酢酸(31)0.5 mLを加えて5分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない(150 ppm以下)。

比較液：硫酸カリウム0.181 gを水に溶かし、正確に500 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液を試料溶液の代わりに用いて、同様に操作する。

(3) シュウ酸 本品0.80 gを水4 mLに溶かした液に塩酸3 mL及び亜鉛1 gを加え、1分間煮沸する。2分間放置後、上澄液をとり、これに塩化フェニルヒドラジニウム溶液(1→100) 0.25 mLを加え、沸騰するまで加熱した後、急冷する。この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(1→20) 0.25 mLを加えて振り混ぜた後、30分間放置するとき、液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない(シュウ酸無水物として360 ppm以下)。

- 1 比較液：シュウ酸二水和物溶液(1→10000) 4 mLに塩酸3
2 mL及び亜鉛1 gを加え、以下同様に操作する。
- 3 ◆(4) 重金属〈1.07〉 本品2.0 gをとり、第2法により操作
4 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
5 ppm以下)。
- 6 (5) 硫酸呈色物 本品1.0 gをネスラー管にとり、硫酸10
7 mLを加え、直ちに90±1℃の水浴中で60分間放置した後、
8 急冷する。この液につき、比較液に色の比較液Kを用い、外
9 径12 mmの試験管にそれぞれ2.0 mLをとり、白色の背景を
10 用い、側方から観察して比色するとき、液の色は比較液より
11 濃くない。
- 12 水分〈2.48〉 1.0%以下(2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。
13 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。
14 定量法 本品約0.55 gを精密に量り、水50 mLに溶かし、1
15 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェ
16 ノールフタレイン試液1滴)。
- 17 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=64.04 mg C₆H₈O₇
- 18 ◆貯法 容器 気密容器。

19 クエン酸水和物

20 性状の項以下を次のように改める。

- 21 ◆性状 本品は無色の結晶又は白色の粒若しくは結晶性の粉末
22 である。
- 23 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けや
24 すい。
- 25 本品は乾燥空气中で風解する。
- 26 確認試験 本品を105℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル
27 測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本
28 品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両
29 者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認
30 める。
- 31 純度試験

- 32 (1) 溶状 本品2.0 gを水に溶かして10 mLとするとき、
33 液は澄明で、その色は水と同じか、又は次の比較液(1)、比
34 較液(2)又は比較液(3)より濃くない。
- 35 比較液(1)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5 mL及び
36 塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0 mLをとり、薄めた希塩酸
37 (1→10)を加えて1000 mLとする。
- 38 比較液(2)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液2.5 mL、塩
39 化鉄(Ⅲ)の色の比較原液6.0 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比
40 較原液1.0 mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて
41 1000 mLとする。
- 42 比較液(3)：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15 mL、塩
43 化鉄(Ⅲ)の色の比較原液7.2 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比
44 較原液0.15 mLをとり、薄めた希塩酸(1→10)を加えて
45 1000 mLとする。
- 46 (2) 硫酸塩 本品2.0 gを水に溶かして30 mLとし、試料
47 溶液とする。別に硫酸カリウム0.181 gを薄めたエタノール
48 (3→10)に溶かし、正確に500 mLとする。この液5 mLを正
49 確に量り、薄めたエタノール(3→10)を加えて正確に100 mL

- 50 とする。この液4.5 mLに塩化バリウム二水和物溶液(1→4) 3
51 mLを加えて振り混ぜ、1分間放置する。この液2.5 mLに試
52 料溶液15 mL及び酢酸(31) 0.5 mLを加えて5分間放置する
53 とき、液の混濁は次の比較液より濃くない(150 ppm以下)。
- 54 比較液：硫酸カリウム0.181 gを水に溶かし、正確に500
55 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確
56 に100 mLとする。この液を試料溶液の代わりに用いて、
57 同様に操作する。
- 58 (3) シュウ酸 本品0.80 gを水4 mLに溶かした液に塩酸3
59 mL及び亜鉛1 gを加え、1分間煮沸する。2分間放置後、上
60 澄液をとり、これに塩化フェニルヒドラジニウム溶液(1→
61 100) 0.25 mLを加え、沸騰するまで加熱した後、急冷する。
62 この液に等容量の塩酸及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム溶
63 液(1→20) 0.25 mLを加えて振り混ぜた後、30分間放置する
64 とき、液の色は同時に調製した次の比較液より濃くない(シ
65 ュウ酸無水物として360 ppm以下)。
- 66 比較液：シュウ酸二水和物溶液(1→10000) 4 mLに塩酸3
67 mL及び亜鉛1 gを加え、以下同様に操作する。
- 68 ◆(4) 重金属〈1.07〉 本品2.0 gをとり、第2法により操作
69 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
70 ppm以下)。
- 71 (5) 硫酸呈色物 本品1.0 gをネスラー管にとり、硫酸10
72 mLを加え、直ちに90±1℃の水浴中で60分間放置した後、
73 急冷する。この液につき、比較液に色の比較液Kを用い、外
74 径12 mmの試験管にそれぞれ2.0 mLをとり、白色の背景を
75 用い、側方から観察して比色するとき、液の色は比較液より
76 濃くない。
- 77 水分〈2.48〉 7.5~9.0%(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。
78 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。
79 定量法 本品約0.55 gを精密に量り、水50 mLに溶かし、1
80 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェ
81 ノールフタレイン試液1滴)。
- 82 1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=64.04 mg C₆H₈O₇
- 83 ◆貯法 容器 気密容器。

84 グリメピリド錠

85 製剤均一性の項及び溶出性の項を次のように改める。

- 86 製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うと
87 き、適合する。
- 88 本品1個をとり、水V/10 mLを加え、崩壊させた後、液
89 体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混液(4:1) V
90 /2 mLを加え、振り混ぜる。この液に内標準溶液V/5 mL
91 を正確に加え、1 mL中にグリメピリド(C₂₄H₃₄N₄O₅S)約100
92 µgを含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセト
93 ニトリル/水混液(4:1)を加えてV mLとする。この液を遠
94 心分離し、上澄液2.5 mLをとり、液体クロマトグラフィー
95 用アセトニトリル/水混液(4:1)を加えて5 mLとし、試
96 料溶液とする。別にグリメピリド標準品(別途「グリメピリ
97 ド」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgを
98 精密に量り、液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水

1 混液(4:1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを
2 正確に量り、内標準溶液2 mLを正確に加えた後、液体クロ
3 マトグラフィー用アセトニトリル/水混液(4:1)を加えて20
4 mLとし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

5 グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の量(mg)
6 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

7 M_S : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

8 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの液体クロマトグ
9 ラフィー用アセトニトリル/水混液(4:1)溶液(1→
10 1000)

11 溶出性 (6.10) 試験液にpH 7.5のリン酸水素二ナトリウム・
12 クエン酸緩衝液900 mLを用い、パドル法により、毎分50回
13 転で試験を行うとき、0.5 mg錠及び1 mg錠の15分間の溶出
14 率は75%以上であり、3 mg錠の30分間の溶出率は70%以上
15 である。

16 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
17 20 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルタ
18 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
19 正確に量り、1 mL中にグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)約0.56
20 μ gを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし、
21 試料溶液とする。別にグリメピリド標準品(別途「グリメピ
22 リド」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約22 mg
23 を精密に量り、液体クロマトグラフィー用アセトニトリルに
24 溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、
25 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル8 mLを加えた後、
26 試験液を加えて正確に200 mLとする。この液5 mLを正確に
27 量り、試験液を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。
28 試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で
29 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ
30 れの液のグリメピリドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

31 グリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
32 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 4$

33 M_S : 脱水物に換算したグリメピリド標準品の秤取量(mg)

34 C: 1錠中のグリメピリド($C_{24}H_{34}N_4O_5S$)の表示量(mg)

35 試験条件

36 検出器、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
37 件を準用する。

38 カラム: 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
39 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
40 化シリカゲルを充填する。

41 システム適合性

42 システムの性能: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
43 操作するとき、グリメピリドのピークの理論段数及び
44 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、1.5以下
45 である。

46 システムの再現性: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件
47 で試験を6回繰り返すとき、グリメピリドのピーク面
48 積の相対標準偏差は1.5%以下である。

49 クリンダマイシン塩酸塩

50 純度試験の項を次のように改める。

51 純度試験

52 (1) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第4法により操作
53 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
54 ppm以下)。

55 (2) 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。この
56 液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、
57 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確に
58 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
59 験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に
60 より測定するとき、試料溶液のクリンダマイシンに対する相
61 対保持時間約0.7のクリンダマイシンB及び相対保持時間約
62 0.8の7-エピクリンダマイシンのピーク面積は、標準溶液の
63 クリンダマイシンのピーク面積の2倍より大きくなく、試料
64 溶液のクリンダマイシン及び上記以外のピークの面積は、標
65 準溶液のクリンダマイシンのピーク面積より大きくない。ま
66 た、試料溶液のクリンダマイシン以外のピークの合計面積は、
67 標準溶液のクリンダマイシンのピーク面積の4倍より大きく
68 ない。

69 試験条件

70 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
71 の試験条件を準用する。

72 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からクリンダマイシン
73 の保持時間の約2倍の範囲

74 システム適合性

75 検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
76 えて正確に10 mLとする。この液20 μ Lから得たクリ
77 ンダマイシンのピーク面積が、標準溶液のクリンダマイ
78 シンのピーク面積の7~13%になることを確認する。
79 システムの性能: 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
80 操作するとき、クリンダマイシンのピークの理論段数
81 及びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、1.5
82 以下である。

83 システムの再現性: 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
84 で試験を6回繰り返すとき、クリンダマイシンのピー
85 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

86 クロスボピドン

87 Crospovidone

88 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品
89 各条である。

90 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むこと
91 により示す。

92 本品は1-ビニル-2-ピロリドンの架橋重合体である。

93 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、窒素(N:
94 14.01) 11.0~12.8%を含む。

95 本品には粒度により区分したタイプA及びタイプBがある。

96 ◆本品はそのタイプを表示する。◆

1 ◆性状 本品は白色～微黄色の粉末である。
2 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)にほとんど溶
3 けない。

4 本品は吸湿性である。◆

5 確認試験

6 (1) 本品1 gを水10 mLに懸濁し、ヨウ素試液0.1 mLを加
7 え、30秒間振り混ぜる。デンプン試液1 mLを加えて振り混
8 ぜるとき、液は30秒以内に青色を呈しない。

9 (2) 本品0.1 gを水10 mLに加え、振り混ぜるとき懸濁液
10 となり、放置するとき15分以内に澄明な液の形成を認めな
11 い。

12 粒度 本品約20 gを精密に量り、1000 mLの三角フラスコに入
13 れ、水500 mLを加える。30分間振り混ぜた後、あらかじめ
14 熱水で洗浄し、105℃で一夜乾燥し、質量を精密に量った
15 235号(63 μm)のふるいに注ぎ、通過液が澄明になるまで水
16 で洗い込む。ふるいを残留物と共に乾燥器に入れ、空気を循
17 環させずに、105℃で5時間乾燥し、デシケーターで30分間
18 放冷し、質量を量る。次式により235号(63 μm)ふるい上の
19 本品の残留物の量を求めるとき、タイプAは15%を超え、タ
20 イプBは15%以下である。

21 235号(63 μm)ふるい上の本品の残留物の量(%)

$$22 = (M_1 - M_2) / M_2 \times 100$$

23 M_1 : 5時間乾燥後のふるいと本品の残留物の質量(g)

24 M_2 : 乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

25 M_3 : ふるいの質量(g)

26 純度試験

27 ◆(1) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第2法により操作
28 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
29 ppm以下)。

30 (2) 水可溶物 本品25.0 gを400 mLのピーカーに入れ、
31 水200 mLを加え、1時間かき混ぜる。得られた懸濁液を250
32 mLのメスフラスコに移し、更に水で洗い込み、水を加えて
33 正確に250 mLとする。静置して固形物が沈降した後、ほと
34 んど澄明な上澄液約100 mLを、孔径3 μmのメンブランフィ
35 ルターを上に乗せた孔径0.45 μmのメンブランフィルターで
36 ろ過する。澄明な液50 mLを正確に量り、質量既知の
37 100 mLのピーカー中で蒸発乾固した後、105～110℃で3時
38 間乾燥するとき、残留物の量は75 mg以下である。

39 (3) 1-ビニル-2-ピロリドン 本品1.250 gにメタノ
40 ール50 mLを正確に加え、60分間振り混ぜ、放置して固形物
41 が沈降した後、孔径0.2 μmのメンブランフィルターでろ過
42 し、試料溶液とする。別に1-ビニル-2-ピロリドン50 mg
43 をとり、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。この
44 液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLと
45 する。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に
46 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50
47 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
48 <2.01>により試験を行うとき、試料溶液の1-ビニル-2-ピ
49 ロリドンのピーク面積は、標準溶液の1-ビニル-2-ピロ
50 リドンのピーク面積より大きくない(10 ppm以下)。

51 試験条件

52 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 235 nm)

53 カラム: 内径4 mm、長さ25 mm及び内径4 mm、長さ
54 250 mmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラ
55 フィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填し、
56 それぞれプレカラム及び分離カラムとする。

57 カラム温度: 40℃付近の一定温度

58 移動相: 水/アセトニトリル混液(9:1)

59 流量: 毎分1.0 mL

60 プレカラムの洗浄: 試料溶液を試験した後、移動相をプ
61 レカラムに上記の流量で約30分間、試験操作と逆の
62 方向に流し、試料を溶出させて洗浄する。

63 システム適合性

64 システムの性能: 1-ビニル-2-ピロリドン10 mg及び
65 酢酸ビニル0.50 gをメタノールに溶かし、100 mLと
66 する。この液1 mLをとり、移動相を加えて100 mLと
67 する。この液50 μLにつき、上記の条件で操作すると
68 き、1-ビニル-2-ピロリドン、酢酸ビニルの順に
69 溶出し、その分離度は2.0以上である。

70 システムの再現性: 標準溶液50 μLにつき、上記の条件
71 で試験を6回繰り返すとき、1-ビニル-2-ピロリド
72 ンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

73 (4) 過酸化物

74 第1法: 本品の表示がタイプAのものに適用する。本品4.0
75 gを水100 mLに懸濁し、試料懸濁液とする。試料懸濁液25
76 mLをとり、塩化チタン(Ⅲ)・硫酸試液2 mLを加え、30分間
77 放置した後、ろ過する。この液につき、試料懸濁液をろ過し、
78 その25 mLに薄めた硫酸(13→100) 2 mLを加えた混液を対
79 照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うと
80 き、波長405 nmにおける吸光度は0.35以下である(過酸化水
81 素として400 ppm以下)。

82 第2法: 本品の表示がタイプBのものに適用する。本品2.0
83 gを水50 mLに懸濁し、試料懸濁液とする。試料懸濁液10
84 mLをとり、水を加えて25 mLとした液に、塩化チタン
85 (Ⅲ)・硫酸試液2 mLを加え、30分間放置した後、ろ過する。
86 この液につき、試料懸濁液をろ過し、その10 mLに水を加
87 えて25 mLとした液に、薄めた硫酸(13→100) 2 mLを加
88 えた混液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験
89 を行うとき、波長405 nmにおける吸光度は0.35以下である
90 (過酸化水素として1000 ppm以下)。

91 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.5 g, 105℃, 恒量)。

92 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

93 定量法 本品約0.1 gを精密に量り、ケルダールフラスコに入
94 れ、これに硫酸カリウム33 g、硫酸銅(Ⅱ)五水和物1 g及び酸
95 化チタン(Ⅳ)1 gの混合物を粉末とし、その5 g及びガラスビ
96 ーズ3粒を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で
97 洗い込み、更にフラスコの内壁に沿って硫酸7 mLを加える。
98 フラスコを徐々に加熱し、液が黄緑色澄明になり、フラスコ
99 の内壁に炭化物を認めなくなつてから更に45分間加熱を続
100 ける。冷後、水20 mLを注意しながら加える。次に、フラス
101 コを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。
102 受器にはホウ酸溶液(1→25) 30 mL及びプロモクレゾールグ
103 リーン・メチルレッド試液3滴を入れ、適量の水を加え、冷
104 却器の下端をこの液に浸す。漏斗から水酸化ナトリウム溶液
105 (21→50) 30 mLを加え、注意して水10 mLで洗い込み、直
106 ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ、水蒸気

1 を通じて留液80~100 mLを得るまで蒸留する。冷却器の下
 2 端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.025
 3 mol/L硫酸で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の緑
 4 色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変るときとする。同様の方
 5 法で空試験を行い、補正する。

6 0.025 mol/L硫酸1 mL=0.7003 mg N

7 貯法 容器 気密容器。

8 クロミフェンクエン酸塩

9 異性体比の項を次のように改める。

10 異性体比 本品10 mgに水10 mL及び水酸化ナトリウム試液1
 11 mLを加え、均一に分散するまで振り混ぜる。酢酸エチル10
 12 mLを加え、5分間激しく振り混ぜた後、5分間静置し、上層
 13 を試料溶液とする。試料溶液1 µLにつき、次の条件でガス
 14 クロマトグラフィー(2.02)により試験を行う。試料溶液の
 15 保持時間8分付近に近接して流出する2つのピークのうち保
 16 持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方
 17 のピーク面積 A_b を測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は0.3~0.5で
 18 ある。

19 試験条件

20 検出器：水素炎イオン化検出器

21 カラム：内径0.25 mm、長さ15 mのフューズドシリカ
 22 管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシ
 23 ロキサンを厚さ0.1 µmに被覆したもの。

24 カラム温度：230℃付近の一定温度

25 注入口温度：270℃付近の一定温度

26 検出器温度：300℃付近の一定温度

27 キャリヤーガス：ヘリウム

28 流量：クロミフェンクエン酸塩の2つのピークのうち先
 29 に流出するピークの保持時間が約7.5分になるように
 30 調整する。

31 スプリット比：1：50

32 システム適合性

33 システムの性能：試料溶液1 µLにつき、上記の条件で
 34 操作するとき、保持時間8分付近に近接して流出する
 35 2つのピークの分離度は5以上である。

36 システムの再現性：試料溶液1 µLにつき、上記の条件
 37 で試験を6回繰り返すとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ の相対標準
 38 偏差は1.0%以下である。

39 クロミフェンクエン酸塩錠

40 確認試験の項を次のように改める。

41 確認試験 本品を粉末とし、「クロミフェンクエン酸塩」50
 42 mgに対応する量を取り、メタノール50 mLを加えて10分間
 43 激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。
 44 別にクロミフェンクエン酸塩標準品10 mgをメタノール10
 45 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク

46 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び
 47 標準溶液10 µLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル
 48 (蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に
 49 2-プロパノール/トルエン/ジエチルアミン混液(10：
 50 10：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾
 51 する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料
 52 溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

53 クロルジアゼボキシド錠

54 製剤均一性の項及び溶出性の項を次のように改める。

55 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
 56 き、適合する。

57 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品1個
 58 をとり、水1 mLを加えてよく振り混ぜて崩壊させた後、メ
 59 タノール20 mLを加えてよく振り混ぜる。この液にメタノ
 60 ールを加えて正確に25 mLとし、孔径0.5 µm以下のメンブ
 61 ランフィルターでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ
 62 液のクロルジアゼボキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約2 mgに対応する
 63 容量 V mLを正確に量り、内標準溶液1 mLを正確に加えた
 64 後、メタノールを加えて20 mLとし、試料溶液とする。以下
 65 定量法を準用する。

66 クロルジアゼボキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の量(mg)

67
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5 / V$$

68 M_S ：クロルジアゼボキシド標準品の秤取量(mg)

69 内標準溶液 サリチル酸イソブチルのメタノール溶液(1→
 70 20)

71 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド
 72 ル法により、毎分100回転で試験を行うとき、本品の60分間
 73 の溶出率は70%以上である。

74 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品1個
 75 をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液30 mL以上
 76 をとり、孔径0.8 µm以下のメンブランフィルターでろ過す
 77 る。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液 V' mLを正確に量り、
 78 1 mL中にクロルジアゼボキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)約3.7 µgを含
 79 む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、試料
 80 溶液とする。別にクロルジアゼボキシド標準品を酸化リン
 81 (V)を乾燥剤として60℃で4時間減圧乾燥し、その約12 mg
 82 を精密に量り、0.1 mol/L塩酸試液5 mLに溶かした後、試験
 83 液を加え、正確に200 mLとする。この液3 mLを正確に量り、
 84 試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶
 85 液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ
 86 り試験を行い、波長260 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定
 87 する。

88 クロルジアゼボキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の表示量に対する溶出
 89 率(%)

90
$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 27$$

91 M_S ：クロルジアゼボキシド標準品の秤取量(mg)

92 C ：1錠中のクロルジアゼボキシド($C_{16}H_{14}ClN_3O$)の表示

1 量(mg)

2 クロルフェニラミンマレイン酸塩散

3 確認試験の項の次に次を加える。

4 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
5 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
6 85%以上である。7 本品のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot$
8 $C_4H_4O_4$)約4 mgに対応する量を精密に量り、試験を開始し、
9 規定された時間に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以
10 下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを
11 除き、次のろ液を試料溶液とする。別にクロルフェニラミン
12 マレイン酸塩標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約22 mg
13 を精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液
14 2 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶
15 液とする。試料溶液及び標準溶液50 μL ずつを正確にとり、
16 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行
17 い、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及
18 び A_S を測定する。19 クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の
20 表示量に対する溶出率(%)

21
$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 18$$

22 M_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量
23 (mg)24 M_T : 本品の秤取量(g)25 C : 1 g中のクロルフェニラミンマレイン酸塩
26 ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

27 試験条件

28 定量法の試験条件を準用する。

29 システム適合性

30 システムの性能: 標準溶液50 μL につき、上記の条件で
31 操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段
32 数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、
33 2.5以下である。34 システムの再現性: 標準溶液50 μL につき、上記の条件
35 で試験を6回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピ
36 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

37 コデインリン酸塩散1%

38 確認試験の項の次に次を加える。

39 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
40 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
41 85%以上である。42 本品約2 gを精密に量り、試験を開始し、規定された時間
43 に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブラン
44 フィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液
45 を試料溶液とする。別に定量用コデインリン酸塩水和物(別46 途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分 <2.48>
47 を測定しておく)約28 mgを精密に量り、水に溶かし、正確
48 に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、水を加えて正
49 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
50 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
51 ー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のコデインのピ
52 ーク面積 A_T 及び A_S を測定する。53 コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)の表
54 示量に対する溶出率(%)

55
$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 36 / 5 \times 1.023$$

56 M_S : 脱水物に換算した定量用コデインリン酸塩水和物の
57 秤取量(mg)58 M_T : 本品の秤取量(g)

59 試験条件

60 定量法の試験条件を準用する。

61 システム適合性

62 システムの性能: 標準溶液50 μL につき、上記の条件で
63 操作するとき、コデインのピークの理論段数及びシン
64 メトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下であ
65 る。66 システムの再現性: 標準溶液50 μL につき、上記の条件
67 で試験を6回繰り返すとき、コデインのピーク面積の
68 相対標準偏差は2.0%以下である。

69 コデインリン酸塩散10%

70 確認試験の項の次に次を加える。

71 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
72 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
73 85%以上である。74 本品約0.2 gを精密に量り、試験を開始し、規定された時
75 間に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブラ
76 ンフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ
77 液を試料溶液とする。別に定量用コデインリン酸塩水和物
78 (別途「コデインリン酸塩水和物」と同様の方法で水分
79 <2.48> を測定しておく)約28 mgを精密に量り、水に溶かし、
80 正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、水を加
81 えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
82 液50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
83 ー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のコデインの
84 ピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。85 コデインリン酸塩水和物($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$)の表
86 示量に対する溶出率(%)

87
$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 18 / 25 \times 1.023$$

88 M_S : 脱水物に換算した定量用コデインリン酸塩水和物の
89 秤取量(mg)90 M_T : 本品の秤取量(g)

91 試験条件

92 定量法の試験条件を準用する。

1 システム適合性
 2 システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で
 3 操作するとき、コデインのピークの理論段数及びシン
 4 メトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下であ
 5 る。
 6 システムの再現性：標準溶液50 μLにつき、上記の条件
 7 で試験を6回繰り返すとき、コデインのピーク面積の
 8 相対標準偏差は2.0%以下である。

9 コレスチミド

10 Colestimide

11 コレスチラン

12 [95522-45-5]

13 本品は2-メチルイミダゾールと1-クロロ-2,3-エポキシ
 14 シプロパンとの共重合体の陰イオン交換樹脂である。

15 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩素(Cl：
 16 35.45) 18.0~20.0%を含む。

17 本品の換算した乾燥物1 gは、2.0~2.4 gのコール酸
 18 (C₂₄H₃₉O₅：407.56)と交換する。

19 性状 本品は白色~微黄白色の粉末である。

20 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

21 本品は吸湿性である。

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

26 純度試験

27 (1) 重金属(2.07) 本品2.0 gを磁製又は白金のつぼに
 28 とり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸マグネシウム六水
 29 和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mL及び過酸化水素
 30 (30) 5 mLを加え、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、
 31 硫酸1 mLを加え、以下第4法により操作し、試験を行う。比
 32 較液は硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→
 33 10) 10 mLをとり、過酸化水素(30) 5 mLを加え、エタノ
 34 ールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸1 mLを加え、以下検
 35 液の調製法と同様に操作し、鉛標準液2.0 mL及び水を加え
 36 て50 mLとする(10 ppm以下)。

37 (2) 類縁物質 本品0.50 gを正確に量り、水20 mLを正確
 38 に加えて1時間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶
 39 液とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に
 40 より波長210 nmの吸光度を測定するとき、0.50以下である。

41 (3) 残留溶媒 別に規定する。

42 乾燥減量(2.41) 10.0%以下(1 g, 減圧, 105℃, 4時間)。

43 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

44 膨潤度 本品約1 gを25 mLの共栓メスシリンダー(内径約11
 45 mmのもの)に精密に量り、水23 mLを加えて2分間振り混ぜ
 46 た後、水を加えて25 mLとする。2時間静置した後、樹脂層
 47 の容積を測定し、換算した乾燥物1 g当たりの容積を求める
 48 とき、12~18 mL/gである。

49 定量法

50 (1) 塩素 本品約0.2 gを精密に量り、水50 mLを加えて
 51 振り混ぜる。これに硝酸1 mL及び硝酸カリウム25 mgを加

52 えて振り混ぜた後、0.1 mol/L硝酸銀液で滴定(2.50)する(電
 53 位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

54 0.1 mol/L硝酸銀液1 mL=3.545 mg Cl

55 (2) 交換容量 コール酸ナトリウム水和物(別途水分を測
 56 定しておく)約0.45 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100
 57 mLとし、コール酸ナトリウム標準原液とする。本品約30
 58 mgを精密に量り、コール酸ナトリウム標準原液30 mLを正
 59 確に加え、1時間振り混ぜた後、遠心分離又は孔径0.8 μm以
 60 下のメンブランフィルターでろ過する。上澄液又はろ液5
 61 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、試料溶液
 62 とする。別にコール酸ナトリウム標準原液5 mLを正確に量
 63 り、内標準溶液5 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料
 64 溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグ
 65 ラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面
 66 積に対するコール酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

67 本品の換算した乾燥物1 g当たりのコール酸交換量(g)

$$68 = M_S / M_T \times (Q_S - Q_T) / Q_S \times 3 / 10 \times 0.947$$

69 M_S: 脱水物に換算したコール酸ナトリウム水和物の秤取
 70 量(mg)

71 M_T: 乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

72 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル
 73 溶液(1→80000)

74 試験条件

75 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

76 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
 77 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 78 化シリカゲルを充填する。

79 カラム温度：30℃付近の一定温度

80 移動相：薄めたリン酸(1→1000)/アセトニトリル混液
 81 (1：1)

82 流量：コール酸の保持時間が約7分になるように調整す
 83 る。

84 システム適合性

85 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 86 操作するとき、コール酸、内標準物質の順に溶出し、
 87 その分離度は7以上である。

88 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 89 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 90 に対するコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は
 91 1.0%以下である。

92 貯法 容器 気密容器。

93 コレスチミド錠

94 Colestimide Tablets

95 本品は定量するとき、表示量の87.0~113.0%に対応する
 96 コレスチミドを含む。

97 製法 本品は「コレステミド」をとり、錠剤の製法により製する。

98 確認試験 本品を粉末とし、赤外吸収スペクトル測定法
 99 (2.25)の塩化カリウム錠剤法により測定するとき、波数

1 1587 cm^{-1} , 1528 cm^{-1} , 1262 cm^{-1} , 1102 cm^{-1} 及び1035 cm^{-1}
 2 付近に吸収を認める。
 3 製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。
 4 崩壊性〈6.09〉 試験を行うとき、適合する。ただし、試験時
 5 間は10分間とする。
 6 定量法 コール酸ナトリウム水和物(別途水分を測定しておく)
 7 約0.45 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとし、
 8 コール酸ナトリウム標準原液とする。本品20個以上をとり、
 9 その質量を精密に量り、粉末とする。コレステリド約30 mg
 10 に対応する量を精密に量り、コール酸ナトリウム標準原液
 11 30 mLを正確に加え、1時間振り混ぜた後、遠心分離する。
 12 上澄液5 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、
 13 試料溶液とする。別にコール酸ナトリウム標準原液5 mLを
 14 正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、標準溶液とす
 15 る。試料溶液及び標準溶液10 μL につき、次の条件で液体ク
 16 ロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、内標準物質の
 17 ピーク面積に対するコール酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を
 18 求める。

19 コレステリドの量(mg)
 20 $=M_S \times (Q_S - Q_T) / Q_S \times 3/10 \times 1/2.2 \times 0.947$

21 M_S : 脱水物に換算したコール酸ナトリウム水和物の秤取
 22 量(mg)

23 2.2: 乾燥物に換算したコレステリド1 g当たりのコール酸
 24 交換量(g)

25 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル
 26 溶液(1→80000)

27 試験条件

28 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220 nm)

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

32 カラム温度: 30℃付近の一定温度

33 移動相: 薄めたリナ酸(1→1000)/アセトニトリル混液
 34 (1:1)

35 流量: コール酸の保持時間が約7分になるように調整す
 36 る。

37 システム適合性

38 システムの性能: 標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 39 操作するとき、コール酸、内標準物質の順に溶出し、
 40 その分離度は7以上である。

41 システムの再現性: 標準溶液10 μL につき、上記の条件
 42 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 43 に対するコール酸のピーク面積の比の相対標準偏差は
 44 1.0%以下である。

45 貯法 容器 気密容器。

46 サルボグレラート塩酸塩

47 性状の項及び確認試験の項(2)の目を次のように改める。

48 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

49 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けにくい。

50 本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける。

51 本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない。

52 本品は結晶多形が認められる。

53 確認試験

54 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の塩
 55 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
 56 品の参照スペクトル又はサルボグレラート塩酸塩標準品のス
 57 ペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと
 58 ころに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクト
 59 ルに差を認めるときは、本品を、又は本品及びサルボグレラ
 60 ート塩酸塩標準品のそれぞれをアセトンで加熱懸濁し、結晶
 61 をろ取し、50℃で1時間乾燥したのものにつき、同様の試験を
 62 行う。

63 酸化チタン

64 純度試験の項(3)の目を次のように改める。

65 純度試験

66 (3) 水可溶物 本品4.0 gに水50 mLを加え、よく振り混
 67 ぜて一夜放置する。次に塩化アンモニウム試液2 mLを加え
 68 てよく振り混ぜ、必要ならば更に塩化アンモニウム試液2
 69 mLを加え、酸化チタンが沈着した後、水を加えて200 mL
 70 とし、よく振り混ぜ、二重ろ紙を用いてろ過する。初めのろ
 71 液10 mLを除き、澄明なる液100 mLをとり、水浴上で蒸発
 72 した後、800℃で恒量になるまで強熱するとき、残留物の量
 73 は5.0 mg以下である。

74 ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

75 製剤均一性の項の次に次を加える。

76 溶出性〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
 77 毎分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は
 78 80%以上である。

79 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 80 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
 81 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
 82 正確に量り、1 mL中にジエチルカルバマジンクエン酸塩
 83 ($\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)約56 μg を含む液となるように水を加
 84 えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にジエチルカ
 85 ルバマジンクエン酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し、その
 86 約22 mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。
 87 この液25 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、
 88 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μL ずつを正確に
 89 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試
 90 験を行い、それぞれの液のジエチルカルバマジンのピーク面
 91 積 A_T 及び A_S を測定する。

92 ジエチルカルバマジンクエン酸塩($\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)の表
 93 示量に対する溶出率(%)

$$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$$

2 M_S : ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量
3 (mg)

4 C : 1錠中のジエチルカルバマジンクエン酸塩
5 ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_5O_7$)の表示量(mg)

6 試験条件

7 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法
8 の試験条件を準用する。

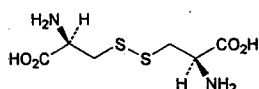
9 システム適合性

10 システムの性能: 標準溶液20 μ Lにつき, 上記の条件で
11 操作するとき, ジエチルカルバマジンのピークの理論
12 段数及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上,
13 1.5以下である。

14 システムの再現性: 標準溶液20 μ Lにつき, 上記の条件
15 で試験を6回繰り返すとき, ジエチルカルバマジンの
16 ピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

17 L-シスチン

18 L-Cystine



19

20 $C_6H_{12}N_2O_4S_2$: 240.30

21 3,3'-Disulfanediybis[(2R)-2-aminopropanoic acid]

22 [56-39-3]

23 本品を乾燥したものは定量するとき, L-シスチン
24 ($C_6H_{12}N_2O_4S_2$) 99.0~101.0%を含む。

25 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

26 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

27 本品は1 mol/L塩酸試液に溶ける。

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

32 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -215~-225° (乾燥後, 1 g, 1
33 mol/L塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.0 gを2 mol/L塩酸試液10 mLに溶かすと
36 き, 液は無色澄明である。

37 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5 gを希硝酸10 mLに溶かし,
38 過酸化水素(30) 10 mLを加え, 水浴中で10分間加熱し, 冷
39 後, 水を加えて50 mLとする。これを検液とし, 試験を行う。
40 比較液には0.01 mol/L塩酸0.30 mLを加える(0.021%以下)。

41 (3) 硫酸塩(1.14) 本品0.6 gを希塩酸5 mLに溶かし, 水
42 を加えて45 mLとする。これを検液とし, 試験を行う。比較
43 液は0.005 mol/L硫酸0.35 mLに希塩酸5 mL及び水を加えて
44 45 mLとする。ただし, 検液及び比較液には塩化バリウム試
45 液5 mLずつを加える(0.028%以下)。

46 (4) アンモニウム(1.02) 本品0.25 gをとり, 試験を行

47 う。比較液にはアンモニウム標準液5.0 mLを用いる(0.02%
48 以下)。ただし, 本試験は減圧蒸留法により行う。

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

52 (6) 鉄(1.10) 本品1.0 gをとり, 第3法により検液を調
53 製し, A法により試験を行う。比較液には鉄標準液1.0 mLを
54 加える(10 ppm以下)。

55 (7) 類縁物質 本品0.20 gを1 mol/L塩酸試液20 mLに溶
56 かし, 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り, 水を加
57 えて正確に10 mLとする。この液1 mLを正確に量り, 水を加
58 えて正確に50 mLとし, 標準溶液とする。これらの液につ
59 き, 薄層クロマトグラフィーに(2.03)より試験を行う。試
60 料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用
61 シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1
62 ープロパノール/アンモニア水(28)混液(67:33)を展開溶媒
63 として約10 cm展開した後, 薄層板を80°Cで30分間乾燥する。
64 これにニンヒドリンのメタノール/酢酸(100)混液(97:3)溶
65 液(1→100)を均等に噴霧した後, 80°Cで10分間加熱すると
66 き, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶
67 液から得たスポットより濃くない。

68 (8) 残留溶媒 別に規定する。

69 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

70 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

71 定量法 本品を乾燥し, その約30 mgを精密に量り, 窒素定量
72 法(1.08)により試験を行う。

73 0.005 mol/L硫酸1 mL=1.202 mg $C_6H_{12}N_2O_4S_2$

74 貯法

75 保存条件 遮光して保存する。

76 容器 気密容器。

77 ジヒドロコデインリン酸塩散1%

78 確認試験の項の次に次を加える。

79 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い, パドル法により,
80 毎分50回転で試験を行うとき, 本品の15分間の溶出率は
81 85%以上である。

82 本品約1 gを精密に量り, 試験を開始し, 規定された時間
83 に溶出液20 mL以上をとり, 孔径0.45 μ m以下のメンブラン
84 フィルターでろ過する。初めのろ液5 mLを除き, 次のろ液
85 を試料溶液とする。別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩
86 (別途105°C, 4時間で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約50
87 mgを精密に量り, 水に溶かし, 正確に100 mLとする。この
88 液2 mLを正確に量り, 水を加えて正確に100 mLとし, 標準
89 溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確にとり,
90 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行
91 い, それぞれの液のジヒドロコデインのピーク面積 A_T 及び
92 A_S を測定する。

93 ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の表示量に
94 対する溶出率(%)

$$=M_S/M_T \times A_T/A_S \times 9/5$$

M_S : 乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩の秤取量(mg)

M_T : 本品の秤取量(g)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジヒドロコデインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ジヒドロコデインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

15 ジヒドロコデインリン酸塩散10%

16 確認試験の項の次に次を加える。

17 溶出性 <6.10> 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
18 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
19 85%以上である。

20 本品約0.1 gを精密に量り、試験を開始し、規定された時間
21 に溶出液10 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブ
22 ランフィルターでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ
23 液を試料溶液とする。別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩
24 (別途105°C、4時間で乾燥減量 <2.41> を測定しておく)約22
25 mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この
26 液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準
27 溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、
28 次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行
29 い、それぞれの液のジヒドロコデインのピーク面積 A_T 及び
30 A_S を測定する。

31 ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の表示量に
32 対する溶出率(%)

$$=M_S/M_T \times A_T/A_S \times 9/20$$

34 M_S : 乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩
35 の秤取量(mg)

36 M_T : 本品の秤取量(g)

37 試験条件

38 定量法の試験条件を準用する。

39 システム適合性

40 システムの性能: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
41 操作するとき、ジヒドロコデインのピークの理論段数
42 及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0
43 以下である。

44 システムの再現性: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件
45 で試験を6回繰り返すとき、ジヒドロコデインのピー
46 ク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

47 ジベカシン硫酸塩

48 純度試験(1)の項を次のように改める。

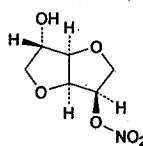
49 純度試験

50 (1) 溶状 本品3.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
51 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> によ
52 り試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.15以下
53 である。

54 70%一硝酸イソソルビド乳糖末

55 Isosorbide Mononitrate 70% / Lactose 30%

56 70%イソソルビド一硝酸エステル乳糖末



57

58 $C_8H_9NO_6$: 191.14

59 1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol 5-nitrate

60 [16051-77-7, 一硝酸イソソルビド]

61 本品を乾燥したものは定量するとき、68.0~72.0%に対応
62 する一硝酸イソソルビド($C_8H_9NO_6$)を含む。

63 性状 本品は白色の粉末、結晶性の粉末、又は塊である。

64 本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)にほとんど溶け
65 ない。

66 確認試験

67 (1) 本品1 gをとり、酢酸エチル30 mLを加え、よく振り
68 混ぜた後、ろ過する。残留物を少量の酢酸エチルで洗い、ろ
69 液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、更に室温で4時
70 間減圧乾燥する。得られた結晶につき、赤外吸収スペクトル
71 測定法 <2.25> の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本
72 品のスペクトルと一硝酸イソソルビドの参照スペクトルを比
73 較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の
74 強度の吸収を認める。

75 (2) (1)の残留物を80°Cで2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル
76 測定法 <2.25> の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、
77 残留物のスペクトルと乳糖水和物の参照スペクトル又は乳糖
78 標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同
79 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

80 旋光度 <2.49> $[\alpha]_D^{20}$: +116~+124°(乾燥後, 1 g, 水,
81 100 mL, 100 mm).

82 純度試験

83 (1) 硝酸塩 本品の一硝酸イソソルビド($C_8H_9NO_6$) 50 mg
84 に対応する量を正確に量り、水に溶かし、正確に100 mLと
85 する。この液25 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mL
86 とし、試料溶液とする。別に硝酸標準液5 mLを正確に量り、
87 水を加えて正確に150 mLとする。この液25 mLを正確に量
88 り、水を加えて正確に150 mLとし、標準溶液とする。試料
89 溶液及び標準溶液100 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液
90 体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれ

1 の液の硝酸のピーク面積を自動積分法により測定するとき、
2 試料溶液の硝酸のピーク面積は、標準溶液の硝酸のピーク面
3 積より大きくない。

4 試験条件

5 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)

6 カラム：内径4.6 mm、長さ5 cmのステンレス管に10
7 μm の液体クロマトグラフィー用ゲル型強塩基性イオ
8 ン交換樹脂を充填する。

9 カラム温度：35℃付近の一定温度

10 移動相：グルコン酸ナトリウム16.0 g、ホウ酸18.0 g、
11 四ホウ酸ナトリウム十水和物25.0 g及びグリセリン
12 250 mLを水に溶かして1000 mLとした液20 mLに1
13 ーブタノール20 mL及びアセトニトリル120 mLを加
14 え、更に水を加えて1000 mLとする。

15 流量：硝酸の保持時間が約5.3分となるように調整する。

16 システム適合性

17 システムの性能：標準溶液100 μL につき、上記の条件
18 で操作するとき、硝酸のピークの理論段数及びシンメ
19 トリー係数は、それぞれ800段以上、1.5以下である。
20 システムの再現性：標準溶液100 μL につき、上記の条
21 件で試験を6回繰り返すとき、硝酸のピーク面積の相
22 対標準偏差は2.0%以下である。

23 (2) 重金属<1.07> 本品1.0 gをとり、第1法により操作
24 し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10
25 ppm以下)。

26 (3) イソソルビド 本品の一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)
27 1.0 gに対応する量をとり、アセトン10 mLを加え、よく振
28 り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を孔径0.5 μm 以下のメン
29 ブランフィルターでろ過する。残留物にアセトン2 mLを加
30 えて同様に操作し、ろ液は先のろ液に合わせる。水浴上でア
31 セトンを蒸発乾固し、更に30分間減圧乾燥する。残留物を
32 移動相に溶かし、10 mLとし、試料溶液とする。試料溶液1
33 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20 mLとする。こ
34 の液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に25 mLとし、
35 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μL ずつを正確に
36 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試
37 験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に
38 より測定するとき、試料溶液の一硝酸イソソルビドに対する
39 相対保持時間約0.2のイソソルビドのピーク面積は、標準溶
40 液の一硝酸イソソルビドのピーク面積より大きくない。

41 試験条件

42 検出器：示差屈折計

43 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
44 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
45 化シリカゲルを充填する。

46 カラム温度：25℃付近の一定温度

47 移動相：水/メタノール混液(9:1)

48 流量：一硝酸イソソルビドの保持時間が約16分となる
49 ように調整する。

50 システム適合性

51 システムの性能：標準溶液20 μL につき、上記の条件で
52 操作するとき、一硝酸イソソルビドのピークの理論段
53 数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、
54 2.0以下である。

55 システムの再現性：標準溶液20 μL につき、上記の条件
56 で試験を6回繰り返すとき、一硝酸イソソルビドのピ
57 ーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である。

58 (4) 類縁物質 本品の一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$) 50
59 mgに対応する量を水5 mLに溶かし、試料溶液とする。この
60 液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準
61 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、
62 次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行
63 い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測
64 定するとき、試料溶液の一硝酸イソソルビド以外のピーク
65 の面積は、標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積の1/
66 2より大きくない。また、試料溶液の一硝酸イソソルビド以
67 外のピークの合計面積は、標準溶液の一硝酸イソソルビド
68 のピーク面積より大きくない。ただし、一硝酸イソソルビドに
69 対する相対保持時間約4.5のピーク面積は、自動積分法で求
70 めた面積に感度係数0.62を乗じた値とする。

71 試験条件

72 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
73 の試験条件を準用する。

74 面積測定範囲：溶媒のピークの後から一硝酸イソソルビ
75 ドの保持時間の約5倍の範囲

76 システム適合性

77 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

78 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、水を加えて
79 正確に10 mLとする。この液10 μL から得た一硝酸イ
80 ソルビドのピーク面積が、標準溶液の一硝酸イソソ
81 ルビドのピーク面積の7~13%になることを確認する。

82 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
83 で試験を6回繰り返すとき、一硝酸イソソルビドのピ
84 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 (5) 残留溶媒 別に規定する。

86 乾燥減量<2.41> 0.5%以下(1 g、減圧、シリカゲル、4時間)。

87 水分<2.48> 1.0~2.0%(0.4 g、直接滴定、ただし、水分測定
88 用メタノールの代わりに水分測定用メタノール/水分測定用
89 ホルムアミド混液(2:1)を用いる)。

90 強熱残分<2.44> 0.1%以下(0.5 g)。

91 定量法 本品を乾燥し、一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$) 0.2 g
92 に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に50 mLとす
93 る。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液20 mLを正確に
94 加え、水を加えて100 mLとし、試料溶液とする。別に定量
95 用一硝酸イソソルビドを乾燥し、その約40 mgを精密に量り、
96 水60 mLに溶かし、内標準溶液20 mLを正確に加えた後、水
97 を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
98 溶液10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー
99 <2.01>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
100 る一硝酸イソソルビドのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

101 一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)の量(mg)

$$102 = M_s \times Q_r / Q_s \times 5$$

103 M_s ：定量用一硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

104 内標準溶液 ベンジルアルコール溶液(1→1000)

105 試験条件

106 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)

1 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
2 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
3 化シリカゲルを充填する。
4 カラム温度：40℃付近の一定温度
5 移動相：薄めたリン酸(1→1000)/メタノール混液(4：
6 1)
7 流量：一硝酸イソソルビドの保持時間が約4.5分になる
8 ように調整する。
9 システム適合性
10 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
11 操作するとき、一硝酸イソソルビド、内標準物質の順
12 に溶出し、その分離度は10以上である。
13 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
14 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
15 に対する一硝酸イソソルビドのピーク面積の比の相対
16 標準偏差は1.0%以下である。
17 貯法 容器 気密容器。

18 一硝酸イソソルビド錠

19 Isosorbide Mononitrate Tablets

20 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
21 一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$ ：191.14)を含む。

22 製法 本品は「70%一硝酸イソソルビド乳糖末」をとり、錠
23 剤の製法により製する。

24 確認試験 本品を粉末とし、一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)
25 50 mgに対応する量を取り、アセトン5 mLを加え、よく振
26 り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定
27 量用一硝酸イソソルビド10 mgをとり、アセトン1 mLに溶
28 かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグ
29 ラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液
30 20 μL ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて
31 調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン
32 混液(2：1)を展開溶媒として約15 cm展開した後、薄層板を
33 風乾する。これに過マンガン酸カリウムの水酸化カリウム試
34 液溶液(1→50)を均等に噴霧し、約50分間放置するとき、試
35 料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは
36 黄色を呈し、それらのR値は等しい。

37 製剤均一性〈6.02〉 次の方法により含量均一性試験を行うと
38 き、適合する。

39 本品1個をとり、水30 mLを加えて崩壊させる。超音波処
40 理により粒子を細かく分散させた後、内標準溶液 $V/10$ mL
41 を正確に加え、1 mL中に一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)約
42 0.2 mgを含む液となるように水を加えて V mLとする。この
43 液を遠心分離し、上澄液を孔径0.45 μm 以下のメンブランフ
44 イルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を
45 試料溶液とする。別に定量用一硝酸イソソルビドをシリカゲ
46 ルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約20 mgを精密に
47 量り、水30 mLに溶かし、内標準溶液10 mLを正確に加えた
48 後、水を加えて100 mLとし、標準溶液とする。以下定量法
49 を準用する。

50 一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)の量(mg)

$$51 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$$

52 M_S ：定量用一硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

53 内標準溶液 ベンジルアルコール溶液(1→1000)

54 溶出性〈6.10〉 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
55 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
56 85%以上である。

57 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
58 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
59 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液 V' mLを
60 正確に量り、1 mL中に一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)約11
61 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mLとし、試
62 料溶液とする。別に定量用一硝酸イソソルビドをシリカゲル
63 を乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約22 mgを精密に量
64 り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確
65 に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。
66 試料溶液及び標準溶液15 μL ずつを正確にとり、次の条件で
67 液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞ
68 れの液の一硝酸イソソルビドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定
69 する。

70 一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$71 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

72 M_S ：定量用一硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

73 C ：1錠中の一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)の表示量(mg)

74 試験条件

75 定量法の試験条件を準用する。

76 システム適合性

77 システムの性能：標準溶液15 μL につき、上記の条件で
78 操作するとき、一硝酸イソソルビドのピークの理論段
79 数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、
80 1.5以下である。

81 システムの再現性：標準溶液15 μL につき、上記の条件
82 で試験を6回繰り返すとき、一硝酸イソソルビドのピ
83 ーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

84 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
85 とする。一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)約20 mgに対応する
86 量を精密に量り、水30 mLを加え、超音波処理により粒子を
87 細かく分散させた後、内標準溶液10 mLを正確に加え、水
88 を加えて50 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を孔径
89 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液
90 10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用一硝
91 酸イソソルビドを乾燥し、その約20 mgを精密に量り、水30
92 mLに溶かし、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、水を加
93 えて50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
94 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に
95 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する一硝酸イ
96 ソルビドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

97 一硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_6$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S$

98 M_S ：定量用一硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

99 内標準溶液 ベンジルアルコール溶液(1→1000)

100 試験条件

1 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)
 2 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 3 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 4 化シリカゲルを充填する。
 5 カラム温度：40℃付近の一定温度
 6 移動相：薄めたリン酸(1→1000)/メタノール混液(4：
 7 1)
 8 流量：一硝酸イソソルビドの保持時間が約4.5分になる
 9 ように調整する。
 10 システム適合性
 11 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 12 操作するとき、一硝酸イソソルビド、内標準物質の順
 13 に溶出し、その分離度は10以上である。
 14 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 15 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 16 に対する一硝酸イソソルビドのピーク面積の比の相対
 17 標準偏差は1.0%以下である。
 18 貯法 容器 気密容器。

19 ジョサマイシン

20 化学名の項を次のように改める。

21 (3R,4S,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-3-Acetoxy-
 22 5-[2,6-dideoxy-4-O-(3-methylbutanoyl)-3-C-methyl-
 23 α-L-ribo-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-
 24 dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-
 25 hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-
 26 15-olide

27 ジョサマイシンプロピオン酸エステル

28 化学名の項を次のように改める。

29 (3R,4S,5S,6R,8R,9R,10E,12E,15R)-3-Acetoxy-5-
 30 [2,6-dideoxy-4-O-(3-methylbutanoyl)-3-C-methyl-
 31 α-L-ribo-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-
 32 dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-
 33 methoxy-8-methyl-9-propanoyloxyhexadeca-10,12-
 34 dien-15-olide

35 シンバスタチン錠

36 Simvastatin Tablets

37 本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応する
 38 シンバスタチン(C₂₅H₃₈O₅：418.57)を含む。

39 製法 本品は「シンバスタチン」をとり、錠剤の製法により
 40 製する。

41 確認試験 本品を粉末とし、「シンバスタチン」2.5 mgに対
 42 応する量を取り、アセトニトリル25 mLを加え、15分間超
 43 音波処理した後、遠心分離する。上澄液2 mLにアセトニ

44 リルを加えて20 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法
 45 <2.24>により吸収スペクトルを測定するとき、波長229～
 46 233 nm、236～240 nm及び245～249 nmに吸収の極大を示
 47 す。

48 純度試験 類縁物質 本品20個以上をとり、粉末とする。
 49 「シンバスタチン」約50 mgに対応する量を取り、アセトニ
 50 トリル/pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1) 200
 51 mLを加え、15分間超音波処理する。冷後、アセトニトリル
 52 /pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて250
 53 mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLにアセトニトリル/
 54 pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて10 mL
 55 とし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、アセト
 56 ニトリル/pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加
 57 えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
 58 準溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
 59 ラフィー <2.01>により試験を行う。それぞれの液の各々の
 60 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のシ
 61 ンバスタチンに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は、
 62 標準溶液のシンバスタチンのピーク面積の1.6倍より大きく
 63 なく、試料溶液のシンバスタチンに対する相対保持時間約
 64 2.0のピーク面積は、標準溶液のシンバスタチンのピーク面
 65 積より大きくない。また、シンバスタチン以外のピークの合
 66 計面積は、標準溶液のシンバスタチンのピーク面積の4倍よ
 67 り大きくない。

68 試験条件

69 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
 70 の試験条件を準用する。

71 面積測定範囲：溶媒のピークの後からシンバスタチンの
 72 保持時間の約2.5倍の範囲

73 システム適合性

74 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
 75 えて正確に10 mLとする。この液10 μLから得たシン
 76 バスタチンのピーク面積が、標準溶液のシンバスタチ
 77 ンのピーク面積の14～26%になることを確認する。

78 システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 79 操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及
 80 びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、0.9～
 81 1.1である。

82 システム再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 83 試験を6回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面
 84 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

85 製剤均一性 <6.02> 次の方法により含量均一性試験を行うと
 86 き適合する。

87 本品1個をとり、水V/20 mLを加え、超音波処理して崩
 88 壊させる。次にアセトニトリル/pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩
 89 緩衝液混液(4：1)を加えて3V/4 mLとし、15分間超音波処
 90 理する。冷後、1 mL中にシンバスタチン(C₂₅H₃₈O₅)約0.1
 91 mgを含む液となるようにアセトニトリル/pH 4.0の
 92 0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて正確にV mLと
 93 する。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下
 94 定量法を準用する。

95 シンバスタチン(C₂₅H₃₈O₅)の量(mg)
 96 $= M_s \times A_T / A_s \times V / 200$

1 M_S : 乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量
2 (mg)

3 溶出性 <6.10> 試験液にポリソルベート80 3 gに水を加えて
4 1000 mLとした液900 mLを用い、パドル法により、毎分50
5 回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は70%以上
6 である。

7 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
8 10 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
9 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液 V mLを正
10 確に量り、1 mL中にシンバスタチン($\text{C}_{25}\text{H}_{38}\text{O}_5$)約5.6 μg を含
11 む液となるように水を加えて、正確に V' mLとし、試料溶
12 液とする。別にシンバスタチン標準品(別途「シンバスタチ
13 ン」と同様の条件で乾燥減量 <2.41> を測定しておく)約22
14 mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100 mL
15 とする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に
16 200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20
17 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
18 <2.01> により試験を行い、それぞれの液のシンバスタチン
19 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

20 シンバスタチン($\text{C}_{25}\text{H}_{38}\text{O}_5$)の表示量に対する溶出率(%)
21 $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$

22 M_S : 乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量
23 (mg)

24 C : 1錠中のシンバスタチン($\text{C}_{25}\text{H}_{38}\text{O}_5$)の表示量(mg)

25 試験条件

26 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 238 nm)
27 カラム: 内径3.9 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
28 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
29 化シリカゲルを充填する。

30 カラム温度: 50°C付近の一定温度

31 移動相: メタノール/0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム
32 試液混液(4: 1)

33 流量: シンバスタチンの保持時間が約4分になるように
34 調整する。

35 システム適合性

36 システムの性能: 標準溶液20 μL につき、上記の条件で
37 操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及
38 びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以
39 下である。

40 システムの再現性: 標準溶液20 μL につき、上記の条件
41 で試験を6回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク
42 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

43 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
44 とする。シンバスタチン($\text{C}_{25}\text{H}_{38}\text{O}_5$)約50 mgに対応する量を
45 精密に量り、アセトニトリル/pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩
46 衝液混液(4: 1) 200 mLを加えて、15分間超音波処理する。
47 冷後、アセトニトリル/pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混
48 液(4: 1)を加えて正確に250 mLとし、遠心分離する。上澄
49 液5 mLを正確に量り、アセトニトリル/pH 4.0の0.05
50 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4: 1)を加えて正確に10 mLとし、
51 試料溶液とする。別にシンバスタチン標準品(別途「シンバ
52 スタチン」と同様の条件で乾燥減量 <2.41> を測定しておく)

53 約20 mgを精密に量り、アセトニトリル/pH 4.0の0.05
54 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4: 1)に溶かし、正確に200 mLとし、
55 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確に
56 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試
57 験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T
58 及び A_S を測定する。

59 シンバスタチン($\text{C}_{25}\text{H}_{38}\text{O}_5$)の量(mg)
60 $= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

61 M_S : 乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量
62 (mg)

63 試験条件

64 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 238 nm)

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

68 カラム温度: 45°C付近の一定温度

69 移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物3.90 gを水
70 900 mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液又はリン酸
71 を加えてpH 4.5に調整した後、水を加えて1000 mL
72 とする。この液700 mLにアセトニトリル1300 mLを
73 加える。

74 流量: シンバスタチンの保持時間が約9分になるように
75 調整する。

76 システム適合性

77 システムの性能: 標準溶液10 μL につき、上記の条件で
78 操作するとき、シンバスタチンのピークの理論段数及
79 びシンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、0.9~
80 1.1である。

81 システムの再現性: 標準溶液10 μL につき、上記の条件
82 で試験を6回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク
83 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

84 貯法 容器 気密容器。

85 ステアリン酸マグネシウム

86 次のように改める。

87 Magnesium Stearate

88 本医薬品各条は、三業局方での調和合意に基づき規定した医薬品
89 各条である。

90 なお、三業局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに
91 より示す。

92 本品は植物又は動物由来の固体混合脂肪酸のマグネシウム
93 塩で、主としてステアリン酸マグネシウム及びパルミチン酸
94 マグネシウムからなる。

95 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、マグネシウ
96 ム(Mg : 24.31) 4.0~5.0%を含む。

97 ◆性状 本品は白色の軽くてかさ高い粉末で、なめらかな感触
98 があり、皮膚につきやすく、においはないか、又はわずかに
99 特異なにおいがある。

100 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。◆

1 確認試験 本品5.0 gを丸底フラスコにとり、過酸化物を含ま
2 ないジエチルエーテル50 mL、希硝酸20 mL及び水20 mLを
3 加え、振り混ぜた後、還流冷却器を付けて完全に溶けるまで
4 加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液漏斗に移し、振り
5 混ぜた後、放置して水層を分取する。ジエチルエーテル層は
6 水4 mLずつで2回抽出し、抽出液を先の水層に合わせる。こ
7 の抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル15 mLで洗
8 った後、50 mLのメスフラスコに移し、水を加えて50 mLと
9 し、試料溶液とする。試料溶液1 mLにアンモニア試液1 mL
10 を加えるとき、白色の沈殿を生じ、塩化アンモニウム試液1
11 mLを追加するとき、沈殿は溶ける。さらにリン酸水素二ナ
12 トリウム十二水和物溶液(4→25) 1 mLを追加するとき、白
13 色の結晶性の沈殿を生じる。

14 純度試験

15 (1) 酸又はアルカリ 本品1.0 gに新たに煮沸して冷却し
16 た水20 mLを加え、振り混ぜながら水浴上で1分間加熱し、
17 冷後、ろ過する。このろ液10 mLにプロモチモールブルー試
18 液0.05 mLを加える。この液に液の色が変わるまで0.1
19 mol/L塩酸又は0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を滴加するとき、
20 その量は0.05 mL以下である。

21 (2) 塩化物 <1.03> 確認試験で得た試料溶液10.0 mLにつ
22 づき試験を行う。比較液には0.02 mol/L塩酸1.4 mLを加え
23 る(0.1%以下)。

24 (3) 硫酸塩 <1.14> 確認試験で得た試料溶液6.0 mLにつ
25 き試験を行う。比較液には0.01 mol/L硫酸6.0 mLを加える
26 (1.0%以下)。

27 ◆(4) 重金属 <1.07> 本品1.0 gをとり、初めは弱く加熱
28 し、次に約500±25℃で強熱して灰化する。冷後、塩酸2
29 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水20 mL及び希
30 酢酸2 mLを加え、2分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水
31 15 mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて50
32 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸2
33 mLを水浴上で蒸発し、これに希酢酸2 mL、鉛標準液2.0
34 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下)。

35 乾燥減量 <2.41> 6.0%以下(2 g, 105℃, 恒量)。

36 ◆微生物限度 <4.05> 本品1 g当たり、総好気性微生物数の許
37 容基準は 10^3 CFU、総真菌数の許容基準は 5×10^2 CFUであ
38 る。また、サルモネラ及び大腸菌を認めない。

39 ステアリン酸・パルミチン酸含量比 本品0.10 gを還流冷却器
40 を付けた小さなコニカルフラスコにとり、三フッ化ホウ素・
41 メタノール試液5.0 mLを加えて振り混ぜ、溶けるまで約10
42 分間加熱する。冷却器からヘプタン4 mLを加え、10分間加
43 熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液20 mLを加えて振り
44 混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層
45 を、あらかじめヘプタンで洗った約0.1 gの無水硫酸ナトリ
46 ウムを通して別のフラスコにとり、この液1.0 mLを10 mL
47 のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて10 mLとし、試料
48 溶液とする。試料溶液1 μ Lにつき、次の条件でガスクロマ
49 トグラフィー <2.02> により試験を行う。試料溶液のステア
50 リン酸メチルのピーク面積A及びすべての脂肪酸エステル
51 のピークの合計面積Bを測定し、本品の脂肪酸分画中のステア
52 リン酸の比率(%)を次式により計算する。

53 ステアリン酸の比率(%) = $A/B \times 100$

54 同様に、本品中に含まれるパルミチン酸の比率(%)を計算
55 する。ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メ
56 チルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は、すべての
57 脂肪酸エステルのピークの合計面積の、それぞれ40%以上
58 及び90%以上である。

59 試験条件

60 検出器：水素炎イオン化検出器

61 カラム：内径0.32 mm、長さ30 mのフューズドシリカ
62 管の内面に厚さ0.5 μ mでガスクロマトグラフィー用
63 ポリエチレングリコール15000-ジエポキシドを被覆
64 したものを。

65 カラム温度：注入後2分間70℃に保ち、その後、毎分
66 5℃で240℃まで昇温し、240℃を5分間保持する。

67 注入口温度：220℃付近の一定温度

68 検出器温度：260℃付近の一定温度

69 キャリヤーガス：ヘリウム

70 流量：毎分2.4 mL

71 スプリット比：スプリットレス

72 ◆面積測定範囲：溶媒のピークの後から41分まで。

73 システム適合性

74 ◆検出の確認：◆ガスクロマトグラフィー用ステアリン
75 酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞ
76 れ約50 mgを、還流冷却器を付けた小さなコニカルフ
77 ラスコにとり、三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0
78 mLを加えて振り混ぜ、以下試料溶液と同様に操作し、
79 システム適合性試験用溶液とする。◆システム適合性
80 試験用溶液1 mLを正確に量り、ヘプタンを加えて正
81 確に10 mLとする。この液1 mLを正確に量り、ヘプ
82 タンを加えて正確に10 mLとする。さらに、この液1
83 mLを正確に量り、ヘプタンを加えて正確に10 mLと
84 する。この液1 μ Lから得たステアリン酸メチルのピー
85 ク面積が、システム適合性試験用溶液のステアリン
86 酸メチルのピーク面積の0.05~0.15%になることを確
87 認する。

88 システムの性能：システム適合性試験用溶液1 μ Lにつ
89 き、上記の条件で操作するとき、ステアリン酸メチル
90 に対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.9
91 であり、その分離度は5.0以上である。

92 システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき、
93 上記の条件で試験を6回繰り返すとき、パルミチン酸
94 メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標
95 準偏差は3.0%以下である。また、ステアリン酸メチ
96 ルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク
97 面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

98 定量法 本品約0.5 gを精密に量り、250 mLのフラスコにとり、
99 これにエタノール(99.5)/1-ブタノール混液(1:1) 50 mL、
100 アンモニア水(28) 5 mL、pH 10の塩化アンモニウム緩衝液3
101 mL、0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
102 液30.0 mL及びエリオクロムブラックT試液1~2滴を加え、
103 振り混ぜる。この液が澄明になるまで45~50℃で加熱し、
104 冷後、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを
105 0.1 mol/L硫酸亜鉛液で液の青色が紫色に変わるまで滴定
106 <2.50> する。同様の方法で空試験を行う。

1 0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
2 mL
3 =2.431mg Mg

4 ◆貯法 容器 気密容器◆

5 ストレプトマイシン硫酸塩

6 純度試験の項(1)の目を次のように改める。

7 純度試験

8 (1) 溶状 本品1.0 gを水5 mLに溶かすとき、液は透明で
9 ある。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により
10 試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.17以下で
11 ある。

12 注射用ストレプトマイシン硫酸塩

13 pHの項を次のように改める。

14 pH(2.54) 本品の「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0 g(力
15 価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.5~7.0で
16 ある。

17 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

18 純度試験の項(1)の目(ii)及び定量法の項(ii)及び(v)を次
19 のように改める。

20 純度試験

21 (1) 精のう重量法

22 (ii) 標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品を
23 pH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩
24 緩衝液に溶かし、1.0 mL中に10、20及び40黄体形成ホルモ
25 ン単位を含む3種の溶液を製する。この溶液を5匹を1群とす
26 る試験動物に(iv)の操作法に従って注射し、精のうの質量を
27 測定する。試験の結果に基づき精のうの質量が20~35 mgに
28 なることと推定される標準品の濃度を高用量標準溶液 S_H とする。
29 高用量標準溶液にpH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナト
30 リウム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5~2.0倍容量に希釈して
31 低用量標準溶液 S_L とする。

32 定量法

33 (ii) 標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をヒ
34 ト絨毛性性腺刺激ホルモン試液に溶かし、1.0 mL中に0.75、
35 1.5及び3.0卵胞刺激ホルモン単位を含む3種の溶液を製する。
36 この溶液を5匹を1群とする試験動物に、(iv)の操作法に従っ
37 て注射し、卵巣の質量を測定する。試験の結果に基づき卵巣
38 の質量がほぼ120~160 mgになると推定される標準品の濃
39 度を高用量標準溶液 S_H とする。高用量標準溶液にヒト絨毛
40 性性腺刺激ホルモン試液を加えて1.5~2.0倍容量に希釈して
41 低用量標準溶液 S_L とする。

42 (v) 計算法 S_H 、 S_L 、 T_H 及び T_L によって得た卵巣質量を
43 それぞれ y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 とする。さらに各群の y_1 、 y_2 、 y_3
44 及び y_4 を合計してそれぞれ Y_1 、 Y_2 、 Y_3 及び Y_4 とする。

45 本品1 mg中の単位数

$$46 = \text{antilog } M \times (S_H \text{ 1 mL中の単位数}) \times b/a$$

$$47 M = IY_a/Y_b$$

$$48 I = \log(S_H/S_L) = \log(T_H/T_L)$$

$$49 Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$50 Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

51 a: 本品の秤取量(mg)

52 b: 本品をヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液に溶かし、高
53 用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

54 ただし、次の式によって計算される F' は s^2 を計算したと
55 きの n に対する F_1 より小さい。また、次の式によって L ($P =$
56 0.95)を計算するとき、 L は0.3以下である。もし、 F' が F_1 を、
57 また、 L が0.3を超えるときは、この値以下になるまで試験
58 動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$59 F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4fs^2)$$

60 f : 各群の試験動物の数

$$61 s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\} / n$$

62 $\sum y^2$: 各群の y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 をそれぞれ2乗し、合計
63 した値

$$64 Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$65 n = 4(f-1)$$

$$66 L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + I^2)}$$

$$67 C = Y_b^2 / (Y_a^2 - 4fs^2t^2)$$

68 t^2 : s^2 を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$	n	$t^2 = F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

69

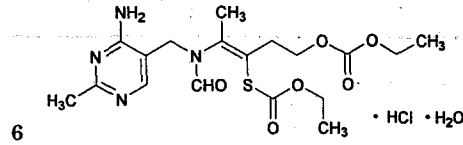
1 セトチアミン塩酸塩水和物

2 Cetotiamine Hydrochloride Hydrate

3 塩酸セトチアミン

4 ジセチアミン塩酸塩水和物

5 塩酸ジセチアミン

7 $C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$: 480.96

8 (3Z)-4-{N-[4-Amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]-N-

9 formylamino)-3-(ethoxycarbonylsulfanyl)pent-3-enyl ethyl

10 carbonate monohydrochloride monohydrate

11 [616-96-6, 無水物]

12 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セトチアミ
13 ン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl$: 462.95) 98.0~102.0%を含
14 む。

15 性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、
16 又はわずかに特異なおいがある。

17 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

18 本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける。

19 融点: 約132℃(分解)。

20 確認試験

21 (1) 本品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫
22 外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、
23 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセトチアミン
24 塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを
25 比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様
26 の強度の吸収を認める。

27 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
28 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本
29 品の参照スペクトル又はセトチアミン塩酸塩標準品のスペク
30 トルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところ
31 に同様の強度の吸収を認める。

32 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(1.09)を呈
33 する。

34 純度試験

35 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
36 で、液の色は次の比較液よりも濃くない。

37 比較液: 塩化コバルト(II)の色と比較原液1.5 mL、塩化鉄
38 (III)の色と比較原液36 mL及び薄めた希塩酸(1→10)
39 12.5 mLをそれぞれ正確に量り、混合する。この液1
40 mLを正確に量り、薄めた希塩酸(1→10)で正確に100
41 mLとする。

42 (2) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、第1法により操作
43 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20
44 ppm以下)。

45 (3) 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試料
46 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
47 確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
48 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィ

49 ー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク
50 面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセトチア
51 ミン以外のピーク的面積は、標準溶液のセトチアミンのピー
52 ク面積より大きくない。また、試料溶液のセトチアミン以外
53 のピークの合計面積は、標準溶液のセトチアミンのピーク面
54 積の2倍より大きくない。

55 試験条件

56 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
57 の試験条件を準用する。

58 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からセトチアミンの保
59 持時間の約3倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認: 標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
62 えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たセト
63 チアミンのピーク面積が、標準溶液のセトチアミンの
64 ピーク面積の7~13%になることを確認する。

65 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
66 操作するとき、セトチアミンのピークの理論段数及び
67 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、0.7~
68 1.0である。

69 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
70 で試験を6回繰り返すとき、セトチアミンのピーク面
71 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 (4) 残留溶媒 別に規定する。

73 水分(2.48) 3.0~5.0%(40 mg, 電量滴定法)。

74 強熱残分(2.44) 0.2%以下(1 g)。

75 定量法 本品及びセトチアミン塩酸塩標準品(別途本品と同様
76 の方法で水分(2.48)を測定しておく)約30 mgずつを精密に
77 量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし、
78 水/メタノール混液(1:1)を加えて50 mLとする。この液2
79 mLずつに水/メタノール混液(1:1)を加えて10 mLとし、
80 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ L
81 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により
82 試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセトチアミン
83 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

84 セトチアミン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl$)の量(mg)

$$85 = M_S \times Q_T / Q_S$$

86 M_S : 脱水物に換算したセトチアミン塩酸塩標準品の秤取
87 量(mg)

88 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノー
89 ル混液(1:1)溶液(1→800)

90 試験条件

91 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 245 nm)

92 カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
93 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
94 化シリカゲルを充填する。

95 カラム温度: 25℃付近の一定温度

96 移動相: 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0 gを薄め
97 た酢酸(100)(1→100)に溶かし、1000 mLとする。こ
98 の液1容量にメタノール1容量を加える。

99 流量: セトチアミンの保持時間が約10分になるように
100 調整する。

- 1 システム適合性
2 システムの性能：標準溶液5 μL につき、上記の条件で
3 操作するとき、セトチアミン、内標準物質の順に溶出
4 し、その分離度は5以上である。
5 システムの再現性：標準溶液5 μL につき、上記の条件
6 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
7 に対するセトチアミンのピーク面積の比の相対標準偏
8 差は1.0%以下である。

9 貯法 容器 気密容器。

10 セファゾリンナトリウム

11 定量法の項を次のように改める。

12 定量法 本品及びセファゾリン標準品約20 mg (力価)に対応す
13 る量を精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かして正確に
14 20 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
15 準溶液5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー
16 <2.01>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
17 るセファゾリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

18 セファゾリン($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_6\text{O}_4\text{S}_3$)の量[μg (力価)]

$$19 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

20 M_S : セファゾリン標準品の秤取量[mg (力価)]

21 内標準溶液 p-アセトアニシドのpH 7.0の0.1 mol/Lリ
22 ン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

23 試験条件

- 24 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
25 カラム：内径4 mm、長さ15 cmのステンレス管に10
26 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
27 化シリカゲルを充填する。
28 カラム温度：25℃付近の一定温度
29 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及び
30 クエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし、
31 この液にアセトニトリル65 mLを加える。
32 流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調
33 整する。

34 システム適合性

- 35 システムの性能：標準溶液5 μL につき、上記の条件で
36 操作するとき、セファゾリン、内標準物質の順に溶出
37 し、その分離度は4以上である。
38 システムの再現性：標準溶液5 μL につき、上記の条件
39 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
40 に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏
41 差は1.0%以下である。

42 セフォペラゾンナトリウム

43 基原の項、純度試験の項(1)の目及び定量法の項を次のよう
44 に改める。

45 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり871~

46 986 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォペラ
47 ゾン($\text{C}_{25}\text{H}_{27}\text{N}_9\text{O}_8\text{S}_2$ ：645.67)としての量を質量(力価)で示す。

48 純度試験

49 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
50 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>によ
51 り試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.18以下
52 である。

53 定量法 本品約0.1 g (力価)に対応する量を精密に量り、水に
54 溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、
55 内標準溶液5 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にセフ
56 オペラゾン標準品約20 mg (力価)に対応する量を精密に量り、
57 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液1 mLに溶かし、水を加え
58 て正確に20 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準
59 溶液5 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標
60 準溶液10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー
61 <2.01>により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
62 るセフォペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

63 セフォペラゾン($\text{C}_{25}\text{H}_{27}\text{N}_9\text{O}_8\text{S}_2$)の量[μg (力価)]

$$64 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$$

65 M_S : セフォペラゾン標準品の秤取量[mg (力価)]

66 内標準溶液 アセトアニリドの水/アセトニトリル混液
67 (43:7)溶液(3→8000)

68 試験条件

- 69 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
70 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
71 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
72 化シリカゲルを充填する。
73 カラム温度：35℃付近の一定温度
74 移動相：酢酸(100) 57 mL及びトリエチルアミン139
75 mLをとり、水を加えて1000 mLとする。この液20
76 mLに水835 mL、アセトニトリル140 mL及び希酢酸
77 5 mLを加える。
78 流量：セフォペラゾンの保持時間が約10分になるよう
79 に調整する。

80 システム適合性

- 81 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
82 操作するとき、内標準物質、セフォペラゾンの順に溶
83 出し、その分離度は5以上である。
84 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
85 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
86 に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準
87 偏差は1.0%以下である。

88 セフジトレン ピボキシル細粒

89 溶出性の項を次のように改める。

90 溶出性<6.10> 試験液に溶出試験第1液900 mLを用い、パド
91 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間
92 の溶出率は80%以上である。

1 本品の「セフジトレンピボキシル」約0.1 g (力価)に対応
2 する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出
3 液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィル
4 ターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液2 mL
5 を正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とす
6 る。別にセフジトレンピボキシル標準品約22 mg (力価)に対
7 応する量を精密に量り、薄めたアセトニトリル(3→4) 20
8 mLに溶かした後、試験液を加えて正確に200 mLとする。
9 この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、
10 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照と
11 し、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長
12 272 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

13 セフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量に対する溶
14 出率(%)

$$15 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$$

16 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg (力価)]

17 M_T : 本品の秤取量(g)

18 C : 1 g中のセフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示
19 量[mg (力価)]

20 セフジニル

21 吸光度の項を削除する。

22 セフチブテン水和物

23 純度試験の項(2)の目及び定量法の項を次のように改める。

24 純度試験

25 (2) 類縁物質

26 (i) 試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し、2時間以内
27 に使用する。本品25 mgをpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリ
28 ン酸塩緩衝液20 mLに溶かす。この液4 mLにpH 8.0の抗生
29 物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとし、試料
30 溶液とする。この液5 mLを正確に量り、pH 8.0の抗生物質
31 用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、標
32 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にと
33 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験
34 を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法によ
35 り測定するとき、試料溶液のセフチブテン以外のピークの面
36 積は、標準溶液のセフチブテンのピーク面積の1/5より大
37 きくない。また、試料溶液のセフチブテン以外のピークの合
38 計面積は、標準溶液のセフチブテンのピーク面積より大きく
39 ない。

40 試験条件

41 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
42 の試験条件を準用する。

43 面積測定範囲: 溶媒のピークの後からセフチブテンの保
44 持時間の約1.7倍の範囲

45 システム適合性

46 検出の確認: 標準溶液2 mLを正確に量り、pH 8.0の抗

47 生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20
48 mLとする。この液5 μLから得たセフチブテンのピー
49 ク面積が、標準溶液のセフチブテンのピーク面積の7
50 ~13%になることを確認する。

51 システムの性能: 本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mL
52 に溶かし、40℃で1時間放置する。この液4 mLを量
53 り、pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を
54 加えて25 mLとする。この液5 μLにつき、上記の条
55 件で操作するとき、トランス体、セフチブテンの順に
56 溶出し、その分離度は2.0以上である。

57 システムの再現性: 標準溶液5 μLにつき、上記の条件
58 で試験を5回繰り返すとき、セフチブテンのピーク面
59 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(ii) 試料溶液は5℃以下に保存し、24時間以内に使用する。
61 本品5 mgを量り、移動相20 mLを加え、必要ならば超音波
62 処理した後、振り混ぜて溶かし、孔径0.45 μm以下のメン
63 ブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液
64 10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に
65 より試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法
66 により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、
67 セフチブテンより速く溶出するピークの合計量は5.0%以下
68 である。ただし、セフチブテンより速く溶出するピーク面積
69 は自動積分法で求めた面積に感度係数1.63を乗じた値とする。

70 試験条件

71 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 263 nm)

72 カラム: 内径7.5 mm、長さ60 cmのステンレス管に10
73 μmの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル
74 化シリカゲルを充填する。

75 カラム温度: 25℃付近の一定温度

76 移動相: リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.05 g及び
77 リン酸二水素カリウム0.58 gを水に溶かし、1000 mL
78 とする。

79 流量: セフチブテンの保持時間が約20分になるように
80 調整する。

81 面積測定範囲: セフチブテンの保持時間の約1.6倍の範
82 囲

83 システム適合性

84 検出の確認: 試料溶液1 mLに移動相を加えて20 mLと
85 し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合
86 性試験用溶液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正
87 確に20 mLとする。この液10 μLから得たセフチブ
88 テンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフ
89 チブテンのピーク面積の7~13%になることを確認す
90 る。

91 システムの性能: システム適合性試験用溶液10 μLにつ
92 き、上記の条件で操作するとき、セフチブテンのピー
93 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
94 10000段以上、0.8~1.2である。

95 システムの再現性: システム適合性試験用溶液10 μLに
96 つき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、セフチ
97 ブテンのピーク面積の相対標準偏差は1.7%以下であ
98 る。

99 定量法 試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し、2時間以

1 内に使用する。本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約10 mg
2 (力価)に対応する量を精密に量り、それぞれにpH 8.0の抗生
3 物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液約36 mLを加え、更に内標
4 準溶液4 mLずつを正確に加えた後、振り混ぜて溶かし、試
5 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 µLに
6 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試
7 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンの
8 ピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

9 セフチブテン($C_{16}H_{14}N_4O_6S_2$)の量[µg (力価)]

$$10 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

11 M_S : セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量[mg (力価)]

12 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル
13 溶液(3→4000)

14 試験条件

15 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 263 nm)

16 カラム: 内径4 mm, 長さ20 cmのステンレス管に7 µm
17 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
18 リカゲルを充填する。

19 カラム温度: 25°C付近の一定温度

20 移動相: 0.005 mol/L臭化 n -デシルトリメチルアンモ
21 ニウム試液/アセトニトリル混液(4:1)

22 流量: セフチブテンの保持時間が約10分になるように
23 調整する。

24 システム適合性

25 システムの性能: 本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mL
26 に溶かし、40°Cで1時間放置する。この液4 mLを量
27 り、pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を
28 加えて25 mLとする。この液5 µLにつき、上記の条
29 件で操作するとき、トランス体、セフチブテンの順に
30 溶出し、その分離度は1.5以上である。

31 システムの再現性: 標準溶液5 µLにつき、上記の条件
32 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
33 に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏
34 差は1.0%以下である。

35 セフテラム ピボキシル

36 基原の項、確認試験の項及び純度試験の項を次のように改め
37 る。

38 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり743~
39 824 µg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフテラム
40 ($C_{16}H_{17}N_5O_6S_2$: 479.49)としての量を質量(力価)で示す。

41 確認試験

42 (1) 本品の0.05 mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→
43 100000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収ス
44 pektルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクト
45 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに
46 同様の強度の吸収を認める。

47 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
48 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本

49 品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同
50 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

51 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホ
52 ルム溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テト
53 ラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル
54 測定法〈2.21〉により 1H を測定するとき、 δ 1.2 ppm付近、
55 δ 2.5 ppm付近及び δ 4.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグ
56 ナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A:B:C
57 はほぼ3:1:1である。

58 純度試験

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

62 (2) 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試料
63 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
64 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
65 10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
66 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク
67 面積を自動積分法で測定するとき、セフテラムピボキシルに
68 対する相対保持時間約0.9のピーク面積は、標準溶液のセフ
69 テラムピボキシルのピーク面積の1.25倍より大きくなく、セ
70 フテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面
71 積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1/
72 4より大きくない。また、試料溶液のセフテラムピボキシル
73 以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフテラムピボキシ
74 ルのピーク面積の2.75倍より大きくない。ただし、セフテラ
75 ムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は自
76 動積分法で求めた面積に感度係数0.74を乗じた値とする。

77 試験条件

78 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
79 の試験条件を準用する。

80 面積測定範囲: セフテラムピボキシルの保持時間の約2
81 倍の範囲

82 システム適合性

83 検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
84 えて正確に10 mLとする。この液10 µLから得たセフ
85 テラムピボキシルのピーク面積が、標準溶液のセフテ
86 ラムピボキシルのピーク面積の7~13%になることを
87 確認する。

88 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
89 操作するとき、セフテラムピボキシルのピークの理論
90 段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、
91 1.5以下である。

92 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
93 で試験を6回繰り返すとき、セフテラムピボキシルの
94 ピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

95 セフポドキシム プロキセチル錠

96 Cefpodoxime Proxetil Tablets

97 本品は定量するとき、表示された力価の93.0~107.0%に
98 対応するセフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$: 427.46)を含む。

1 製法 本品は「セフポドキシムプロキセチル」をとり、錠剤
2 の製法により製する。
3 確認試験 本品を粉末とし、「セフポドキシムプロキセチル」
4 65 mg (力価)に対応する量を取り、アセトニトリル25 mLを
5 加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液2 mLにア
6 セトニトリルを加えて50 mLとする。この液5 mLにアセト
7 ニトリルを加えて50 mLとした液につき、紫外可視吸光度測
8 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長232
9 ~236 nmに吸収の極大を認める。

10 製剤均一性(6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと
11 き、適合する。

12 本品1個をとり、水/アセトニトリル/酢酸(100)混液
13 (99:99:2) 20 mLを正確に加え、10分間超音波処理した後、
14 この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過す
15 る。初めのろ液10 mLを除き、「セフポドキシムプロキセチル」
16 30 mg (力価)に対応するろ液V mLを正確に量り、内標
17 準溶液6 mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル/酢酸
18 (100)混液(99:99:2)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。
19 別にセフポドキシムプロキセチル標準品約60 mg (力価)に対
20 応する量を精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸(100)混
21 液(99:99:2) 60 mLに溶かし、内標準溶液12 mLを正確に
22 加えた後、水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)
23 を加えて100 mLとし、標準溶液とする。以下「セフポドキ
24 シムプロキセチル」の定量法を準用する。

25 セフポドキシム(C₁₅H₁₇N₅O₆S₂)の量[mg (力価)]

$$26 = M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 10 / V$$

27 M_S: セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg (力
28 価)]

29 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水/アセ
30 トニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)に溶かし、100
31 mLとする。

32 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、毎
33 分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は70%
34 以上である。

35 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
36 20 mL以上をとり、孔径0.5 μm以下のメンブランフィルタ
37 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
38 正確に量り、1 mL中に「セフポドキシムプロキセチル」約
39 11 μg (力価)を含む液となるようにクエン酸一水和物の移動
40 相溶液(1→2000)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とす
41 る。別にセフポドキシムプロキセチル標準品約22 mg (力価)
42 に対応する量を精密に量り、クエン酸一水和物の移動相溶液
43 (1→2000)に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを
44 正確に量り、クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)を加
45 えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
46 準溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
47 ラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のセフポ
48 ドキシムプロキセチルの2つに分離したピークの保持時間約
49 24分のピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに保持時間約30分のピー
50 ク面積A_{Tb}及びA_{Sb}を測定する。

51 セフポドキシムプロキセチル(C₂₁H₂₇N₅O₆S₂)の表示量に対す
52 る溶出率(%)

$$53 = M_S \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times V' / V \times 1 / C \times$$

$$54 45$$

55 M_S: セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg (力
56 価)]

57 C: 1錠中のセフポドキシムプロキセチル(C₂₁H₂₇N₅O₆S₂)
58 の表示量[mg (力価)]

59 試験条件

60 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240 nm)

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

64 カラム温度: 40℃付近の一定温度

65 移動相: 水/メタノール混液(11:9)

66 流量: セフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピー
67 クのうち、先に溶出するピークの保持時間が約24
68 分になるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
71 操作するとき、セフポドキシムプロキセチルの2つに
72 分離したピークの分離度は4以上である。

73 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
74 で試験を6回繰り返すとき、セフポドキシムプロキセ
75 チルの2つに分離したピークの合計面積の相対標準偏
76 差は2.0%以下である。

77 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
78 とする。「セフポドキシムプロキセチル」約0.3 g (力価)に
79 対応する量を精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸(100)
80 混液(99:99:2) 80 mLを加え、10分間超音波処理した後、
81 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて正
82 確に100 mLとする。この液を孔径0.45 μm以下のメンブラン
83 フィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ
84 液10 mLを正確に量り、内標準溶液6 mLを正確に加えた後、
85 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて50
86 mLとし、試料溶液とする。別にセフポドキシムプロキセチル
87 標準品約60 mg (力価)に対応する量を精密に量り、水/ア
88 セトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2) 60 mLに溶かし、
89 内標準溶液12 mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル/
90 酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて100 mLとし、標準溶液
91 とする。以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準
92 用する。

93 セフポドキシム(C₁₅H₁₇N₅O₆S₂)の量[mg (力価)]

$$94 = M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 5$$

95 M_S: セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg (力
96 価)]

97 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水/アセ
98 トニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)に溶かし、100
99 mLとする。

100 貯法 容器 気密容器。