

5 mL に塩化鉄(Ⅲ)六水和物 27 g を水 100 mL に溶かした液 1 滴を加えるとき、液は緑色を呈しても、青色～紫色を呈しない。

チモール・硫酸・メタノール試液, 噴霧用 噴霧試液用チモール 1.5 g をメタノール 100 mL に溶かし、硫酸 5.7 mL を加える。

トリフェニルメタノール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{19}H_{15}OH$ 白色の粉末である。

純度試験 本品 0.1 g をメタノール 100 mL に溶かした液につき、「ジドブジン」の純度試験(2)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.73 の主スポット以外のスポットを認めない。

ナイルブルー $C_{20}H_{20}ClN_3O$ 青緑色の粉末である。

3-ニトロアニリン $C_6H_6N_2O_2$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 112 ~ 116°C

ノダケニン, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{20}H_{24}O_9$ 白色の粉末である。水又はメタノール溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくい。融点: 約 220°C (分解)。

確認試験 本品のメタノール溶液(1 → 100000)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 333 ~ 337 nm に吸収の極大を示す。旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +50 ~ +68° (5 mg, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 3 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 5 μ L につき、「ゼンコ」の確認試験(2)を準用し、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。

パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル $C_{15}H_{22}O_3$ 本品は微黄色澄明の粘稠な液体である。本品はエタノール(99.5)と混和する。本品は水にほとんど溶けない。

含量 98.0%以上。 定量法 「パラオキシ安息香酸エチル」の定量法を準用する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 250.3 mg $C_{15}H_{22}O_3$

4-ヒドロキシソフタル酸 $HOC_6H_3(COOH)_2$ 白色の結晶又は粉末である。

含量 98.0%以上。 定量法 本品約 0.14 g を精密に量り、エタノール(95) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定(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。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.106 mg $C_8H_6O_5$

ヒペロシド, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{20}O_{12}$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールに溶けにくく、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点: 約 220°C (分解)。

確認試験 本品のメタノール溶液(1 → 100000)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 255 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1 mg をメタノール 20 mL に溶かした液 10 μ L につき、「サンザシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

ブシラミン, 定量用 $C_7H_{13}NO_3S_2$ [医薬品各条, 「ブシラミン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ブシラミン($C_7H_{13}NO_3S_2$) 99.0%以上を含み、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 60 mg を水/メタノール混液(1:1) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液(1:1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「ブシラミン」の純度試験(3)を準用して試験を行うとき、試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない。

n-ブチルボロン酸 $C_4H_{11}BO_2$ 白色の薄片である。

融点 (2.60) : 90 ~ 92°C

フマル酸ビソプロロール, 定量用 $2C_{18}H_{31}NO_4 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「ビソプロロールフマル酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ビソプロロールフマル酸塩 [$2C_{18}H_{31}NO_4 \cdot C_4H_4O_4$] 99.0%以上を含み, 「ビソプロロールフマル酸塩」の純度試験 (2) を行うとき, 試料溶液のビソプロロール以外のピークの合計面積は, 標準溶液のビソプロロールのピーク面積の 1/5 より大きくないもの]

必要な場合には, 次の精製法により精製する。

精製法 「ビソプロロールフマル酸塩」2 g を酢酸エチル 200 mL に加温して溶かし, 活性炭 0.5 g を加えてよく振り混ぜた後, ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する。ろ液を氷水中で時々振り混ぜながら 2 時間放置する。析出した結晶をガラスろ過器 (G3) を用いてろ取する。得られた結晶を酸化リン (V) を乾燥剤として 80°C で 5 時間減圧乾燥する。

(±)-プラエルプトリン A, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{21}H_{22}O_7$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノールにやや溶けやすく, エタノール (99.5) にやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) 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 320 ~ 324 nm に吸収の極大を示す。

融点 (2.60) : 152 ~ 156°C

純度試験 類縁物質 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。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき, 「ゼンコ」の確認試験 (1) を準用し, 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。

ブロモチモールブルー・エタノール性水酸化ナトリウム試液 ブロモチモールブルー 0.05 g を薄めた 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 → 10) 4 mL とエタノール 20 mL に溶かした後, 水を加えて 100 mL とする。

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液, 希 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物溶液 (3 → 50) 5 mL, ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液 (13 → 200) 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 2.5 mL に水を加えて 25 mL とし, 混和し, 液の色が暗赤色から淡黄色に変わった後, 使用する。用時製する。

ポリアクリル酸メチル, ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの

マグノロール, 薄層クロマトグラフィー用 $C_{18}H_{18}O_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。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 102°C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 50000) 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 287 ~ 291 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフィー (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。次にヘキサン/アセトン/酢酸 (100) 混液 (20 : 15 : 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。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

マレイン酸エナラプリル $C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_4H_4O_4$ [医薬品各条, 「エナラプリルマレイン酸塩」]

硫酸試液, 1 mol/L 硫酸 60 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

硫酸試液, 5 mol/L 硫酸 300 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後, 放冷する。

リン酸二水素ナトリウム試液, pH 2.2 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g を水 800 mL に溶かし, リン酸を加

えて pH 2.2 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

ロスマリン酸、成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用ロスマリン酸。ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (332 nm) : 526 ~ 559 (5 mg, エタノール (99.5), 500 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg を移動相 20 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 50 mL とし、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、試料溶液のロスマリン酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のロスマリン酸のピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長 240 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 → 1000) / アセトニトリル混液 (4 : 1)

流量：ロスマリン酸の保持時間が約 14 分になるように調整する。

面積測定範囲：ロスマリン酸の保持時間の約 4 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 μL から得られたロスマリン酸のピーク面積が、標準溶液 10 μL から得たロスマリン酸のピーク面積の 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ロスマリン酸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 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロスマリン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ロスマリン酸、薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{O}_8$ 白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (99.5) に溶けやすく、水に溶けにくい。融点 約 205℃ (分解)。

確認試験 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) 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 217 ~ 221 nm, 290 ~ 294 nm 及び 330 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をエタノール (99.5) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) 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 10 μL につき、「半夏厚朴湯エキス」の確認試験 (2) を準用し、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。

一般試験法の部 9. 4 2 クロマトグラフィー用担体／充てん剤の条に次のように加える。

9.42 クロマトグラフィー用担体／充てん剤

強塩基性イオン交換樹脂、カラムクロマトグラフィー用 カラムクロマトグラフィー用に製造したもの。

多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体、液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

医薬品各条 改正事項

医薬品各条の部 アジマリン錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

アジマリン錠

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き、適合する。

本品1個をとり、溶出試験第2液150 mLを加えて、崩壊するまでよく振り混ぜた後、溶出試験第2液を加えて正確に200 mLとし、孔径0.8 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、アジマリン(C₂₀H₂₆N₂O₂)約0.5 mgに対応するろ液V mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用アジマリンを80℃で3時間減圧乾燥し、その約25 mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に500 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長288 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

アジマリン(C₂₀H₂₆N₂O₂)の量(mg) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / V) \times 4$

W_S : 定量用アジマリンの秤取量(mg)

医薬品各条の部 アスコルビン酸注射液の条pHの項の次に次の一項を加える。

アスコルビン酸注射液

エンドトキシン〈4.01〉 0.15 EU/mg 未満。

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

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。

医薬品各条の部 アズトレオナムの条の次に次の一条を加える。

注射用アズトレオナム

Aztreonam for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の93.0 ~ 107.0%に対応するアズトレオナム(C₁₃H₁₇N₃O₈S₂ : 435.43)を含む。

製法 本品は「アズトレオナム」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色～黄白色の塊又は粉末である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」6 mg(力価)に対応する量を取り、塩酸ヒドロキシアンモニウム・

エタノール試液 1 mL に溶かし、3 分間放置した後、酸性硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は、赤褐色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」3 mg (力価) に対応する量を水 100 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するとき、波長 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

pH(2.54) 本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0 g (力価) に対応する量を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 7.0 である。

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「アズトレオナム」1.0 g (力価) に対応する量を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長 450 nm における吸光度は 0.06 以下である。

水分 (2.48) 2.0%以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

エンドトキシン (4.01) 0.10 EU/mg (力価) 未満。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 2 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 「アズトレオナム」約 5 g (力価) に対応する個数を取り、それぞれの内容物を水に溶かし、100 mL のメスフラスコに移す。各々の容器は水で洗い、洗液は先の液に合わせ、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にアズトレオナム標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「アズトレオナム」の定量法を準用する。

$$\text{アズトレオナム (C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_8\text{S}_2) \text{ の量 [mg(力価)]} = W_s \times (Q_T / Q_S) \times 250$$

W_s : アズトレオナム標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 4-アミノ安息香酸溶液 (1 → 6250)

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

医薬品各条の部 注射用アセチルコリン塩化物の条強熱残分の項の次に次の四項を加える。

注射用アセチルコリン塩化物

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

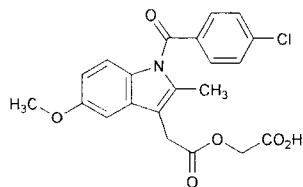
不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

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。

医薬品各条の部 アセプトロール塩酸塩の条の次に次の二条を加える。

アセメタシン

Acemetacin



$C_{21}H_{18}ClNO_6$: 415.82

2-{2-[1-(4-Chlorobenzoyl)-5-methoxy-2-methyl-1*H*-indol-3-yl]acetyloxy}acetic acid

[53164-05-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 1 mg に濃クロモトローブ酸試液 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液の色は赤紫色を呈する。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 → 50000) 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。
- (3) 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。
- (4) 本品につき、炎色反応試験 (2) 〈1.04〉を行うとき、緑色を呈する。

融点 (2.60) 151 ~ 154°C

純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 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 (20 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.40 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 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 5 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) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/4-メチル-2-ペンタノン/酢酸 (100) 混液 (3 : 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は 2 個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、アセトン 20 mL に溶かし、水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (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。

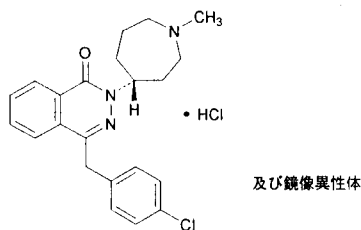
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 41.58 mg $C_{21}H_{18}ClNO_6$

貯法 容器 気密容器。

アゼラスチン塩酸塩

Azelastine Hydrochloride

塩酸アゼラスチン



$C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$: 418.36

4-[(4-Chlorophenyl)methyl]-2-[(4*RS*)-(1-methylazepan-4-yl)]phthalazin-1(2*H*)-one monohydrochloride

[79307-93-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、アゼラスチン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はギ酸に溶けやすく、水又はエタノール (99.5) に溶けにくい。

融点：約 225°C (分解)。

本品の水溶液 (1 → 200) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (3 → 10000) 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。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) 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。

(3) 本品の飽和水溶液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、析出した結晶をろ過するとき、ろ液は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

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

(3) 類縁物質 本品 50 mg を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、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 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、試料溶液のアゼラスチン以外のピーク面積は、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 1/10 より大きくない。また、試料溶液のアゼラスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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タデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35°C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液（660：340：1）

流量：アゼラスチンの保持時間が約 10 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ゼラスチンの保持時間の約 2 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 20 μ L から得たアゼラスチンのピーク面積が、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 7 ～ 13% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アゼラスチ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 5000 段以上、1.5 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、アゼラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

乾燥減量〈2.41〉 1.0% 以下（1 g、105°C、2 時間）。

強熱残分〈2.44〉 0.1% 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、ギ酸 5 mL に溶かした後、酢酸（100）70 mL を加え、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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.84 mg $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

医薬品各条の部 アミカシン硫酸塩の条の次に次の一条を加える。

アミカシン硫酸塩注射液

Amikacin Sulfate Injection

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ～ 115.0% に対応するアミカシン（ $C_{22}H_{43}N_5O_{13}$ ；585.60）を含む。

製法 本品は「アミカシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「アミカシン硫酸塩」0.1 g（力価）に対応する容量をとり、水を加えて 4 mL とし、試料溶液とする。別にアミカシン硫酸塩標準品 25 mg（力価）に対応する量を取り、水 1 mL に溶かし、標準溶液とする。以下「アミカシン硫酸塩」の確認試験（2）を準用する。

浸透圧比 別に規定する。

pH〈2.54〉 6.0 ～ 7.5

エンドトキシン〈4.01〉 0.50 EU/mg（力価）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 「アミカシン硫酸塩」約 0.1g (力価) に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。別にアミカシン硫酸塩標準品の約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 200 μ L ずつを正確に栓付き試験管にとり、以下「アミカシン硫酸塩」の定量法を準用する。

$$\text{アミカシン (C}_{22}\text{H}_{43}\text{N}_5\text{O}_{13}) \text{ の量 [mg (力価)]} = W_s \times (H_T/H_S) \times 2$$

W_s : アミカシン硫酸塩標準品の秤取量 [mg (力価)]

貯法 容器 密封容器。

医薬品各条の部 アミトリプチリン塩酸塩錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

アミトリプチリン塩酸塩錠

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き、適合する。

本品 1 個をとり、薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 50 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜ、更に薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中にアミトリプチリン塩酸塩 (C₂₀H₂₃N \cdot HCl) 約 10 μ g を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{アミトリプチリン塩酸塩 (C}_{20}\text{H}_{23}\text{N} \cdot \text{HCl}) \text{ の量 (mg)} = W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/20)$$

W_s : アミトリプチリン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 アミノフィリン注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

アミノフィリン注射液

エンドキシン (4.01) 0.6 EU/mg 未満

同条採取容量の項の次に次の三項を加える。

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。

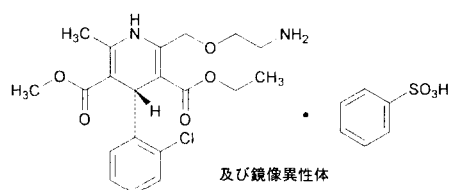
無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 注射用アムホテリシンBの条の次に次の一条を加える。

アムロジピンベシル酸塩

Amlodipine Besilate

ベシル酸アムロジピン



$C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$: 567.05

3-Ethyl 5-methyl (4*RS*)-2-[(2-aminoethoxy)methyl]-4-(2-chlorophenyl)-6-methyl-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate monobenzenesulfonate

[111470-99-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アムロジピンベシル酸塩 ($C_{20}H_{25}ClN_2O_5 \cdot C_6H_6O_3S$) 98.0 ~ 102.0% を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

融点：約 198°C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液 (1 → 40000) 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アムロジピンベシ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アムロジピンベシ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 30 mg に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよく混ぜ合せ、徐々に強熱する。冷後、残留物を希塩酸 2 mL 及び水 10 mL に溶かし、必要ならばろ過し、ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 重金属<1.07> 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (25 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g を水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 3 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 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、試料溶液のアムロジピンに対する相対保持時間約 0.90 のピーク面積は、標準溶液のアムロジピンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のアムロジピン及びアムロジピンに対する相対保持時間約 0.15 のベンゼンスルホン酸及び上記のピーク以外のピーク面積は、標準溶液のアムロジピンのピーク面積の 1/3 より大きくない。また、試料溶液のアムロジピン及びベンゼンスルホン酸以外の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の 2.7 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 3 μ m 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てんする。

カラム温度：35°C 付近の一定温度

移動相 A：水/トリフルオロ酢酸混液（5000：1）

移動相 B：アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液（5000：1）

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 ~ 30	80 → 20	20 → 80
30 ~ 45	20	80

流量：毎分 1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアムロジピンの保持時間の約 3 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、水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 10 mL とする。

この液 10 μ L から得たアムロジピンのピーク面積が、標準溶液のアムロジピンのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アムロジ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 70000 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、アムロジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 0.5% 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.2% 以下 (1 g)。

定量法 本品及びアムロジピンベシル酸塩標準品（別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく）約 35 mg ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 25 mL 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 20 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、内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

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

W_S : 脱水物に換算したアムロジピンベシル酸塩標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソブチルの移動相溶液 (3 → 20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 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タデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25°C 付近の一定温度

移動相：メタノール/リン酸二水素カリウム溶液 (41 → 10000) 混液 (13：7)

流量：アムロジピンの保持時間が約 8 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アムロジピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するアムロジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

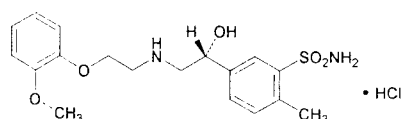
容器 密閉容器。

医薬品各条の部 アモキシシリン水和物の条の次に次の二条を加える。

アモスラロール塩酸塩

Amosulalol Hydrochloride

塩酸アモスラロール



及び鏡像異性体

$\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_5\text{S} \cdot \text{HCl}$: 416.92

5-((1*RS*)-1-Hydroxy-2-[[2-(2-methoxyphenoxy)ethyl]amino]ethyl)-2-methylbenzenesulfonamide monohydrochloride
[70958-86-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アモスラロール塩酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_5\text{S} \cdot \text{HCl}$) 98.5 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は苦い。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、水又はエタノール (99.5) にやや溶けにくい。

本品は吸湿性である。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 20000) 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。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) 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。

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

融点 (2.60) 158 ~ 162°C

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g を磁製るつぼにとり、硫酸 1.5 mL を加え、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600°C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第2法により操作し、試験を行う。比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 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、試料溶液のアモスラロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のアモスラロールのピーク面積の 2/5 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：272 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 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タデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし、1000 mL とした液に、リン酸水素二ナトリウム十二水合物 3.58 g を水に溶かし、1000 mL とした液を加えて pH 5.7 に調整する。この液 670 mL にアセトニトリル 330 mL を加える。

流量：アモスラロールの保持時間が約 7 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モスラロールの保持時間の約 2 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、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアモスラロールのピーク面積が、標準溶液のアモスラロールのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アモスラロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.7 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、アモスラロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

水分 (2.48) 4.0% 以下 (1 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 0.6 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (3 : 2) 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で 5 分以内に滴定 (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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.69 mg $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

アモスラロール塩酸塩錠

Amosulalol Hydrochloride Tablets

塩酸アモスラロール錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0% に対応するアモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$; 416.92) を含む。

製法 本品は「アモスラロール塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「アモスラロール塩酸塩」50 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 2.5 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 270 ~ 274 nm に吸収の極大を示し、波長 275 ~ 281 nm に吸収の肩を示す。

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き、適合する。

本品 1 個をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えて崩壊させ、メタノール 15 mL を加えてよく振り混ぜる。1 mL 中にアモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) 約 0.4 mg を含む液となるようにメタノールを加え、正確に V mL とした後、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アモスラロール (別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、移動相を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{アモスラロール塩酸塩 } (C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$$

W_S : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 → 6250)

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

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にアモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) 約 5.5 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アモスラロール (別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 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) により試験を行い、アモスラロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

アモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (45 / 2)$$

W_S : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のアモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 272 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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てんする。

カラム温度: 30°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし、1000 mL とした液に、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58 g を水に溶かし、1000 mL とした液を加えて pH 5.7 に調整する。この液 670 mL にアセトニトリル 330 mL を加える。

流量: アモスラロールの保持時間が約 5 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、アモスラロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.7 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、アモスラロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

定量法 本品 10 個をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させる。次にメタノール 120 mL を加えて更によく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、遠心分離する。アモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) 約 5 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸アモスラロール (別途「アモスラロール塩酸塩」と同様の方

法で水分〈2.48〉を測定しておく) 約 25 mg を精密に量り, メタノールに溶かし正確に 25 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 移動相を加えて 50 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 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, 内標準物質のピーク面積に対するアモスラロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

アモスラロール塩酸塩 ($C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 5)$

W_S : 脱水物に換算した定量用塩酸アモスラロールの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 6250)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 272 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 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タデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 薄めた酢酸 (100) (1 \rightarrow 25) / アセトニトリル/酢酸アンモニウム溶液 (1 \rightarrow 250) 混液 (5 : 3 : 2)

流量: アモスラロールの保持時間が約 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, アモスラロール, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 7 以上である.

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, 内標準物質のピーク面積に対するアモスラロールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

貯法 容器 気密容器.

医薬品各条の部 L-アルギニン塩酸塩注射液の条発熱性物質の項を削り, pH の項の次に次の一項を加える.

L-アルギニン塩酸塩注射液

エンドキシシ $\langle 4.01 \rangle$ 0.50 EU/mL 未満.

同条採取容量の項の次に次の三項を加える.

不溶性異物 $\langle 6.06 \rangle$ 第 1 法により試験を行うとき, 適合する.

不溶性微粒子 $\langle 6.07 \rangle$ 試験を行うとき, 適合する.

無菌 $\langle 4.06 \rangle$ 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.

医薬品各条の部 アルプロスタジルの条の次に次の一条を加える.

アルプロスタジル注射液

Alprostadil Injection

本品は乳濁性の注射剤である.

本品は定量するとき, 表示量の 80.0 ~ 125.0% に対応するアルプロスタジル ($C_{20}H_{34}O_5$; 354.48) を含む.