

なお、ピクノメーターの操作法又は構成が図 3.03-1 に示したものと異なる場合、各ピクノメーターの製造者の指示に従うものとする。また、試料の状態について、前処理なしにそのまま測定に供したか、あるいは乾燥減量で規定されるような特別な条件で乾燥処理したものか等、測定結果とともに記録しておく。

### 3.04 粒度測定法

第2法 ふるい分け法の項の試験用ふるい 表 3.04-1 を次のように改める。

表 3.04-1 関係する範囲における標準ふるいの目開き寸法

ISO 公称ふるい番号			USP ふるい 番号	推奨される USP ふるい (microns)	EP ふるい 番号	日本薬局方 ふるい番号
主要寸法	補助寸法					
R 20/3	R20	R 40/3				
11.20 mm	11.20 mm 10.00 mm	11.20 mm 9.50 mm			11200	
8.00 mm	8.00 mm 7.10 mm	8.00 mm 6.70 mm				
5.60 mm	5.60 mm 5.00 mm	5.60 mm 4.75 mm			5600	3.5
4.00 mm	4.00 mm 3.55 mm	4.00 mm 3.35 mm	5	4000	4000	4.7
2.80 mm	2.80 mm 2.50 mm	2.80 mm 2.36 mm	6 7	2800	2800	5.5 6.5
2.00 mm	2.00 mm 1.80 mm	2.00 mm 1.70 mm	8 10	2000	2000	7.5 8.6
1.40 mm	1.40 mm 1.25 mm	1.40 mm 1.18 mm	12 14	1400	1400	10 12
1.00 mm	1.00 mm 900 μm	1.00 mm 850 μm	16 18	1000	1000	14 16
710 μm	710 μm 630 μm	710 μm 600 μm	20 25	710	710	18 22
500 μm	500 μm 450 μm	500 μm 425 μm	30 35	500	500	26 30
			40			36

ISO 公称ふるい番号						
主要寸法	補助寸法		USP ふるい 番号	推奨される USP ふるい (microns)	EP ふるい 番号	日本薬局方 ふるい番号
R 20/3	R20	R 40/3				
	400 μm					
355 μm	355 μm	355 μm	45	355	355	42
	315 μm					
		300 μm	50			50
	280 μm					
250 μm	250 μm	250 μm	60	250	250	60
	224 μm					
		212 μm	70			70
	200 μm					
180 μm	180 μm	180 μm	80	180	180	83
	160 μm					
		150 μm	100			100
	140 μm					
125 μm	125 μm	125 μm	120	125	125	119
	112 μm					
		106 μm	140			140
	100 μm					
90 μm	90 μm	90 μm	170	90	90	166
	80 μm					
		75 μm	200			200
	71 μm					
63 μm	63 μm	63 μm	230	63	63	235
	56 μm					
		53 μm	270			282
	50 μm					
45 μm	45 μm	45 μm	325	45	45	330
	40 μm					
		38 μm			38	391

第2法 ふるい分け法の項のふるい分け法 1)機械的振とう法 乾式ふるい分け法の目を次のように改める。

ふるい分け法

1) 機械的振とう法 乾式ふるい分け法 各ふるいの風袋質量を 0.1 g まで量る。質量を正確に量った試料を最上段のふるいの上に置き、ふたをする。組ふるいを 5 分間振とうする。試料の損失がないように組ふるいから各段のふるいを注意深くはずす。各ふるいの質量を再度量り、ふるい上の試料質量を測定する。同様に、受け皿内の試料質量も測定する。ふるいを再度組み合わせ、更に 5 分間振とうする。先に述べたように各ふるいはずし、質量を量る。これらの操作を終点規格に適合するまで繰り返す（終点の決定の項を参照）。ふるい分けを終了した後、全損失量を計算する。全損失量は元の試料質量の 5% 以下である。

新たな試料を用いてふるい分けを繰り返すが、このときは先に用いた繰り返し回数に対応する合計時間を 1 回のふるい分け時間とする。このふるい分け時間が終点決定のための必要条件に適合していることを確認する。一つの試料についてこの終点の妥当性が確認されている場合は、粒子径分布が正常な変動範囲内であれば、以後のふるい分けには一つの固定したふるい分け時間を用いてもよい。

いずれかのふるいの上に残留している粒子が単一粒子ではなく凝集体であり、機械的乾式ふるい分け法を用いても良好な再現性が期待できない場合には、他の粒子径測定法を用いる。

—以下 略—

## 7.02 プラスチック製医薬品容器試験法

プラスチック製水性注射剤容器の項の2. ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器(11)の目を次のように改める。

### 2. ポリ塩化ビニル製水性注射剤容器

(11) 塩化ビニル 容器の切片を水で洗い、ろ紙で水を十分にふきとった後、5 mm 角以下に細断し、その1.0 g をとり、20 mL のメスフラスコに入れる。これにガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフラン約10 mL を加え、冷所で時々振り混ぜて溶かした後、メタノール・ドライアイス浴で冷却しながら、あらかじめメタノール・ドライアイス浴で冷却したガスクロマトグラフィー用テトラヒドロフランを加えて20 mL とし、試料溶液とする。

試料溶液及び塩化ビニル標準液10  $\mu$ Lにつき、次の操作条件1及び2でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行うとき、少なくともいずれかの条件において、試料溶液の塩化ビニルのピーク高さは、標準液のピーク高さより大きくない。

—以下略—

## 9.01 標準品

9.01 標準品の条のアザチオプリン標準品、エテンザミド標準品、グリセオフルビン標準品、クロミフェンクエン酸塩標準品、ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品、セファトリジンプロピレングリコール標準品、セファレキシン標準品、セフィキシム標準品、セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品、セフロキサジン標準品、ピブメシリナム塩酸塩標準品、ファロベネムナトリウム標準品、プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品、プロベネシド標準品、ミノサイクリン塩酸塩標準品、及びワルファリンカリウム標準品の項を次のように改める。

アザチオプリン標準品 確認試験，製剤均一性，定量法

エテンザミド標準品 確認試験，定量法

グリセオフルビン標準品 確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法

クロミフェンクエン酸塩標準品 確認試験，製剤均一性，定量法

ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品 製剤均一性，定量法

セファトリジンプロピレングリコール標準品 確認試験，溶出性，定量法

セファレキシン標準品 製剤均一性，溶出性，定量法

セフィキシム標準品 確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法

セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品 製剤均一性，溶出性，定量法

セフロキサジン標準品 確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法

ピブメシリナム塩酸塩標準品 確認試験，純度試験，製剤均一性，定量法

ファロベネムナトリウム標準品 確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法

プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品 確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法

プロベネシド標準品 確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法

ミノサイクリン塩酸塩標準品 確認試験，純度試験，製剤均一性，溶出性，定量法

ワルファリンカリウム標準品 確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法

## 9.01 標準品

9.01 標準品の条に次の項を加える。

アシクロビル標準品 確認試験，定量法

アムロジピンベシル酸塩標準品 確認試験, 製剤均一性, 定量法  
イブリフラボン標準品 確認試験, 定量法  
インダパミド標準品 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法  
カルシトニン(サケ)標準品 定量法  
D-グルクロノラクトン標準品 定量法  
ゲファルナート標準品 確認試験, 定量法  
ジフルコルトロン吉草酸エステル標準品 確認試験, 定量法  
シンバスタチン標準品 確認試験, 定量法  
セボフルラン標準品 確認試験, 定量法  
タクロリムス標準品 確認試験, 定量法  
タゾバクタム標準品 確認試験, 定量法  
ダナゾール標準品 確認試験, 定量法  
テブレノン標準品 確認試験, 定量法  
ドキサソシンメシル酸塩標準品 確認試験, 定量法  
トスフロキサシントシル酸塩標準品 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法  
トロキシピド標準品 確認試験, 製剤均一性, 溶出性, 定量法  
ピオグリタゾン塩酸塩標準品 確認試験, 定量法  
プラソシン塩酸塩標準品 確認試験, 定量法  
フルタミド標準品 確認試験, 定量法  
フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品 確認試験, 定量法  
プロブコール標準品 確認試験, 定量法  
ロサルタンカリウム標準品 確認試験, 定量法

## 9.41 試薬・試液

9.41 試薬・試液の条の塩酸ベンゾイルメサコニン, 薄層クロマトグラフィー用; (E)-カプサイシン, 薄層クロマトグラフィー用及びベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用の項を次のように改める。

塩酸ベンゾイルメサコニン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_{31}H_{43}NO_{10} \cdot HCl \cdot xH_2O$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。水又はエタノール (99.5) にやや溶けやすく, メタノールにやや溶けにくい。融点: 約 250°C (分解)。

吸光度 (2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$  (230 nm) : 217 ~ 231 (脱水物に換算したもの 5 mg, メタノール, 200 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, エタノール (99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液 5  $\mu$ L につき, 「ブシ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき,  $R_f$  値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

(E)-カプサイシン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_{18}H_{27}NO_3$  白色の結晶で強い刺激臭がある。メタノールに極めて溶けやすく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

融点 (2.60) 65 ~ 70°C

純度試験 類縁物質 本品 20 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 10  $\mu$ L につき, 「トウガラシ」の確認試験を準用し, 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。

ベルゲニン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_{14}H_{16}O_9 \cdot xH_2O$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。エタノール (99.5) に溶けにくく, 水に極めて溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

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 217 ~ 221 nm 及び波長 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示し、波長 241 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 20  $\mu$ L につき、「アカメガシワ」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。

## 9.41 試薬・試液

### 9.41 試薬・試液の条に次の項を加える。

(E)-アサロン  $C_{12}H_{16}O_3$ 、白色の粉末である。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 60°C

確認試験 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測定するとき、波数 2990  $cm^{-1}$ 、2940  $cm^{-1}$ 、2830  $cm^{-1}$ 、1609  $cm^{-1}$ 、1519  $cm^{-1}$ 、1469  $cm^{-1}$ 、1203  $cm^{-1}$ 、1030  $cm^{-1}$ 、970  $cm^{-1}$  及び 860  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 2 mg 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 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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(E)-アサロン以外のピークの合計面積は、標準溶液の(E)-アサロ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、移動相及び流量は「ソヨウ」の成分含量測定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(E)-アサロンの保持時間の約 3 倍の範囲

#### システム適合性

システムの性能は「ソヨウ」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

アジ化ナトリウム  $NaN_3$  [K9501, 特級]

アセメタシン  $C_{21}H_{18}ClNO_6$  [医薬品各条]

アセメタシン、定量用  $C_{21}H_{18}ClNO_6$  [医薬品各条、「アセメタシン」ただし、乾燥したものを定量するとき、アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 99.5%以上を含むほか、次の試験に適合するもの]

純度試験 本品 40 mg 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 10 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。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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、試料溶液のアセメタシン以外のピーク面積は、標準溶液のアセメタシンのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、試料溶液のアセメタシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアセメタシ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、移動相及び流量は「アセメタシン錠」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：アセメタシンの保持時間の約 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  $\mu$ L から得たアセメタシンのピーク面積が、標準溶液のアセメタシンのピーク面積の 3 ~ 7%になることを確認する。

システムの性能：アセメタシン 75 mg 及びインドメタシン 75 mg をメタノール 50 mL に溶かす。この液 4 mL にパラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 → 250) 1 mL を加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、アセメタシン、インドメタシン、パラオキシ安息香酸ヘキシルの順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンとパラオキシ安息香酸ヘキシルの分離度は、それぞれ 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセメタシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である。

6-アミノキノリル-N-ヒドロキシスクシンイミジルカルバメート  $C_{14}H_{11}N_3O_4$ 、生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

2-アミノベンズイミダゾール  $C_7H_7N_3$ 、白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。融点：約 231°C (分解)。

アルカリ性ホスファターゼ ウシ小腸から得たもので、白色～灰白色又は黄褐色の凍結乾燥した粉末で、においはない。

本品 1mg は 1 単位以上を含み、塩類は含まない。ただし、本品の 1 単位とは、4-ニトロフェニルリン酸エステルを基質にして、pH9.8 で 37°C、1 分間に 1 μmol の 4-ニトロフェノールを生成する酵素量とする。

アルカリ性ホスファターゼ試液 アルカリ性ホスファターゼ 0.1 g を pH9.0 のホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液 10 mL に溶かす。用時製する。

アルシアンブルー-8GX  $C_{56}H_{88}Cl_{14}CuN_{16}S_4$  暗い青紫色の粉末である。

アルシアンブルー染色液 アルシアンブルー-8GX 0.5 g を薄めた酢酸 (100) (3 → 100) 100 mL に溶かす。

アロプリノール  $C_5H_4N_4O$  [医薬品各条]

アロプリノール、定量用  $C_5H_4N_4O$  [医薬品各条、「アロプリノール」ただし、乾燥したものを定量するとき、アロプリノール ( $C_5H_4N_4O$ ) 99.0%以上を含むもの]

0.1%ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 ウシ血清アルブミン 0.1 g を酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 100) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液に 1 mol/L 塩酸試液を加えて pH4.0 に調整する。

ウベニメクス、定量用  $C_{16}H_{24}N_2O_4$  [医薬品各条、「ウベニメクス」ただし、乾燥したものを定量するとき、ウベニメクス ( $C_{16}H_{24}N_2O_4$ ) 99.0%以上を含むもの]

ウルソデオキシコール酸、定量用  $C_{24}H_{40}O_4$  [医薬品各条、「ウルソデオキシコール酸」ただし、乾燥したものを定量するとき、ウルソデオキシコール酸 ( $C_{24}H_{40}O_4$ ) 99.0%以上を含む。また、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 0.15 g を液体クロマトグラフィー用メタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。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、試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約 2.5 のピーク面積は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積より大きくなく、試料溶液のウルソデオキシコール酸に対する相対保持時間約 5.5 のピーク面積は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 1/5 より大きくない。また、試料溶液のウルソデオキシコール酸及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 1/5 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：210 nm)

カラム：内径 3 mm、長さ 7.5 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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用メタノール/薄めたリン酸 (1 → 1000) /液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (96 : 69 : 35)

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 2.3 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ウルソデオキシコール酸の保持時間の約 7 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μL から得たウルソデオキシコール酸のピーク面積が、標準溶液のウルソデオキシコール酸のピーク面積の 8 ~ 12% になることを確認する。

システムの性能：薄層クロマトグラフィー用ケノデオキシコール酸及び薄層クロマトグラフィー用リトコール酸それぞれ 30 mg をとり、試料溶液 1 mL を加え、液体クロマトグラフィー用メタノールに溶かし、50 mL とする。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール酸、ケノデオキシコール酸、リトコール酸の順に溶出し、それぞれの分離度は 7 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、ウルソデオキシコール酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

エカベトナトリウム水和物、定量用  $C_{20}H_{27}NaO_5S \cdot 5H_2O$  [医薬品各条、「エカベトナトリウム水和物」ただし、換算した脱水物に対し、エカベトナトリウム ( $C_{20}H_{27}NaO_5S$ ) 99.5%以上を含むもの]

エモルファゾン、定量用  $C_{11}H_{17}N_3O_3$  [医薬品各条、「エモルファゾン」ただし、乾燥したものを定量するとき、エモルファゾン ( $C_{11}H_{17}N_3O_3$ ) 99.0%以上を含むもの]

塩化ナトリウム試液、0.2 mol/L 塩化ナトリウム 11.7 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩酸アゼラスチン, 定量用  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$  [医薬品各条, 「アゼラスチン塩酸塩」]

塩酸 14-アニソイルアコニン, 成分含量測定用  $C_{33}H_{47}NO_{11} \cdot HCl \cdot xH_2O$  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すく, 水又はエタノール (99.5) にやや溶けにくい。融点: 約  $210^{\circ}C$  (分解)。

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

純度試験

(1) 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, エタノール (99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液  $5 \mu L$  につき, 「ブシ」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。

(2) 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $20 \mu L$  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 14-ア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 14-アニソイルアコニンのピーク面積より大きくない。

試験条件

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

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 245 nm)

面積測定範囲: 14-アニソイルアコニンの保持時間の約 4 倍の範囲

システムの適合性

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 20 mL とする。この液  $20 \mu L$  から得た 14-アニソイルアコニンのピーク面積が, 標準溶液  $20 \mu L$  から得た 14-アニソイルアコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5% になることを確認する。

システムの性能: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液  $20 \mu L$  につき, 上記の条件で操作するとき, ベンゾイルメサコニン, ベンゾイルヒパコニン, 14-アニソイルアコニンの順に溶出し, それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液  $20 \mu L$  につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ベンゾイルメサコニン, ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5% 以下である。

塩酸アプリンジン, 定量用  $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$  [医薬品各条, 「アプリンジン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) 99.5% 以上を含むもの]

塩酸アミオダロン, 定量用  $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$  [医薬品各条, 「アミオダロン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, アミオダロン塩酸塩 ( $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$ ) 99.5% 以上を含むもの]

塩酸イミダプリル  $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$  [医薬品各条, 「イミダプリル塩酸塩」]

塩酸イミダプリル, 定量用  $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$  [医薬品各条, 「イミダプリル塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, イミダプリル塩酸塩 ( $C_{20}H_{27}N_3O_6 \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの]

塩酸クロルヘキシジン  $C_{22}H_{30}Cl_2N_{10} \cdot 2HCl$  [医薬品各条, 「クロルヘキシジン塩酸塩」]

塩酸(2-クロロエチル)ジエチルアミン  $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$  白色の粉末である。

含量 95.0% 以上。定量法 本品を  $45^{\circ}C$  で 3 時間減圧乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 15 mL に溶かす。この液に酢酸 (100) / 非水滴定用酢酸水銀 (II) 試液混液 (5 : 3) 10 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 = 17.21 mg  $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$

塩酸チアプリド, 定量用  $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$  [医薬品各条, 「チアプリド塩酸塩」]

塩酸プロパフェノン, 定量用  $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  [医薬品各条, 「プロパフェノン塩酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含み, 純度試験 (2) により試験を行うとき, プロパフェノン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のプロパフェノンのピーク面積の 3 倍より大きくないもの]

塩酸ベンゾイルヒパコニン, 成分含量測定用  $C_{31}H_{43}NO_9 \cdot HCl \cdot xH_2O$  白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, 水にやや溶けやすく, エタノール (99.5) にやや溶けにくい。融点: 約  $230^{\circ}C$  (分解)。

吸光度 (2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$  (230 nm): 225 ~ 240 (脱水物に換算したものの 5 mg, メタノール, 200 mL)。

純度試験

(1) 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, エタノール (99.5) 1 mL を正確に加えて溶かした液  $5 \mu L$  につき, 「ブシ」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。

(2) 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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、試料溶液のベンゾイルヒパコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245 nm)

面積測定範囲：ベンゾイルヒパコニンの保持時間の約 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、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たベンゾイルヒパコニンのピーク面積が、標準溶液のベンゾイルヒパコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5% になることを確認する。

システムの性能：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5% 以下である。

**塩酸ベンゾイルメサコニン、成分含量測定用 薄層クロマトグラフィー用塩酸ベンゾイルメサコニン。** ただし、次の試験に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品 5.0 mg を移動相 5 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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、試料溶液のベンゾイルメサコニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

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

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245 nm)

面積測定範囲：ベンゾイルメサコニンの保持時間の約 6 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 20 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たベンゾイルメサコニンのピーク面積が、標準溶液のベンゾイルメサコニンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5% になることを確認する。

システムの性能：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン、14-アニソイルアコニンの順に溶出し、それぞれの分離度は 4 以上である。

システムの再現性：成分含量測定用ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベンゾイルメサコニン、ベンゾイルヒパコニン及び 14-アニソイルアコニンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5% 以下である。

**オフロキサシン**  $C_{18}H_{20}FN_3O_4$  [医薬品各条]

**カドララジン、定量用**  $C_{12}H_{21}N_3O_3$  [医薬品各条、「カドララジン」] ただし、乾燥したものを定量するとき、カドララジン ( $C_{12}H_{21}N_3O_3$ ) 99.0% 以上を含むもの]

**カルバゾール**  $C_{12}H_9N$  白色～類白色の葉状若しくは板状の結晶又は結晶性の粉末である。本品はピリジン又はアセトンに溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。本品は熱すると、容易に昇華する。

融点 (2.60) 243 ~ 245°C

純度試験 溶状 本品 0.5 g にエタノール (99.5) 20 mL を加え、加温して溶かした液は澄明である。

強熱残分 0.1% 以下 (1 g)。

**カルバゾール試液** カルバゾール 0.125 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

**グアニン**  $C_5H_5N_5O$  白色～微黄白色の粉末である。



吸光度 (2.24) 本品約 10 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とする。この液につき、248 nm 及び 273 nm における吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  を求めるとき、それぞれ 710 ~ 770 及び 460 ~ 500 である。

乾燥減量 (2.41) 1.5%以下 (0.5 g, 105°C, 4 時間)。

**グアヤコール, 定量用**  $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$  無色～黄色澄明の液又は無色の結晶で、特異な芳香がある。メタノール又はエタノール (99.5) に混和し、水にやや溶けにくい。凝固点: 25 ~ 30°C

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の ATR 法により測定するとき、波数 1595  $\text{cm}^{-1}$ , 1497  $\text{cm}^{-1}$ , 1443  $\text{cm}^{-1}$ , 1358  $\text{cm}^{-1}$ , 1255  $\text{cm}^{-1}$ , 1205  $\text{cm}^{-1}$ , 1108  $\text{cm}^{-1}$ , 1037  $\text{cm}^{-1}$ , 1020  $\text{cm}^{-1}$ , 916  $\text{cm}^{-1}$ , 833  $\text{cm}^{-1}$  及び 738  $\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.5  $\mu\text{L}$  につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、グアヤコール以外のピークの合計面積は、2.0%以下である。

#### 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 60 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリメチルシロキサンを厚さ 0.25 ~ 0.5  $\mu\text{m}$  で被覆する。

カラム温度: 100°C から毎分 5°C で 130°C まで昇温し、その後、毎分 2°C で 140°C まで昇温し、次いで毎分 15°C で 200°C まで昇温し、200°C を 2 分間保持する。

注入口温度: 200°C

検出器温度: 250°C

キャリアーガス: ヘリウム

流量: グアヤコールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

スプリット比: 1 : 50

#### システム適合性

検出の確認: 本品約 70 mg を精密に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1  $\mu\text{L}$  から得たグアヤコールのピーク面積が、本品 0.5  $\mu\text{L}$  を注入したときのグアヤコールのピーク面積の 0.08 ~ 0.16 % と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 1  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、グアヤコ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 200000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: システム適合性試験用溶液 1  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グアヤコールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

**クエン酸モサプリド, 定量用**  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{ClFN}_3\text{O}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [医薬品各条, 「モサプリドクエン酸塩水和物」ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、モサプリドクエン酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{ClFN}_3\text{O}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) 99.0%以上を含むもの]

**グリコロール酸ナトリウム, 薄層クロマトグラフィー用**  $\text{C}_{26}\text{H}_{42}\text{NNaO}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  白色～微褐色の結晶性の粉末又は粉末である。水又はメタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくい。融点: 約 260°C (分解)。

確認試験 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測定するとき、波数 2940  $\text{cm}^{-1}$ , 1640  $\text{cm}^{-1}$ , 1545  $\text{cm}^{-1}$ , 1450  $\text{cm}^{-1}$ , 1210  $\text{cm}^{-1}$ , 1050  $\text{cm}^{-1}$  及び 600  $\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49)  $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ : +25 ~ +35° (60 mg, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 5 mg をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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  $\mu\text{L}$  ずつにつき、「ユウタン」の確認試験を準用し、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ポットより濃くない。

**クルクミン, 成分含量測定用**  $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_6$  黄色～だいたい色の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。

吸光度 (2.24)  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (422 nm): 1460 ~ 1700 (デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥後, 2.5 mg, メタノール, 1000 mL)。

融点 (2.60) 180 ~ 184°C

純度試験 類縁物質

(1) 本品 4 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 50 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  $\mu\text{L}$  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する。次にジクロロメタン/メタノール混液 (19 : 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 365 nm) を照射するとき、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。

(2) 本品 1.0 mg 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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、試料溶液のクルクミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のクルクミンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「ウコン」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 422 nm)

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からクルクミンの保持時間の約 4 倍の範囲

#### システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

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  $\mu$ L から得たクルクミンのピーク面積が、標準溶液 10  $\mu$ L から得たクルクミンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5% になることを確認する。

**4'-O-グルコシル-5-O-メチルピサミノール**, 薄層クロマトグラフィー用  $C_{22}H_{28}O_{10}$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

**確認試験** 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1  $\rightarrow$  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 286 ~ 290 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 1 mL に溶かした液 5  $\mu$ L につき、「ボウフウ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 $R_f$  値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

**p-クレゾール**  $C_7H_8O$  [K 8306, 特級]

**血液カンテン培地** ハートインフュージョンカンテン培地 950mL を高圧滅菌する。約 50°C に冷却後、ウマ又はヒツジ脱繊維素血液 50mL を加え滅菌したシャーレに分注し、平板とする。

**1%血液浮遊液** 動物の脱繊維した血液を、等張化された溶液を用いて、洗浄した後、1 vol% に調製する。用時製する。

**ケトコナゾール**  $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$  [医薬品各条]

**ケトコナゾール**, 定量用  $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$  [医薬品各条, 「ケトコナゾール」ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトコナゾール ( $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$ ) 99.5% 以上を含むもの]

**ゴシツ**, 薄層クロマトグラフィー用 ヒナタイノコズチ *Achyranthes fauriei* Leveillé et Vaniot (*Amaranthaceae*) の根を加熱乾燥後粉末としたものである。ただし、次の試験に適合するもの。

#### 確認試験

(1) 本品の細末 2 g をとり、水 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、1-ブタノール 5 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用チクセツサポニン IV1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、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  $\mu$ 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する。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (5 : 1 : 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。これに希硫酸を均等に噴霧し、105°C で 10 分間加熱するとき、標準溶液ではこい紫みの赤のスポットを  $R_f$  値 0.35 付近に認め、試料溶液では以下と同等のスポットを認める。

$R_f$ 値	スポットの色及び形状
0 付近	黒の弱いスポット
0.1 付近	つよい紫みの赤の弱いスポット
0.2 付近	つよい紫みの赤のテーリングした弱いスポット
0.25 付近	こい紫みの赤の強いスポット
0.35 付近	こい紫みの赤のリーディングしたスポット
0.45 付近	くすんだ黄の弱いスポット
0.5 付近	灰みの紫みを帯びた赤の弱いスポット
0.75 付近	灰みの赤の弱いスポット
0.9 付近	くすんだ赤の弱いスポット

(2) (1) の試験条件を準用する。ただし、展開溶媒に 1-プロパノール/酢酸エチル/水混液 (4 : 4 : 3) を用いて試験を行うとき、標準溶液ではこい紫みの赤のスポットを  $R_f$  値 0.45 付近に認め、試料溶液では以下と同等のスポットを認める。

R <sub>f</sub> 値	スポットの色及び形状
0.25付近	つよい紫みの赤の弱いスポット
0.25 ~ 0.3付近	こい紫みの赤のリーディングしたあるいは2個の強いスポット
0.35付近	こい紫みの赤のスポット
0.4付近	くすんだ赤の弱いスポット
0.42付近	暗い赤のスポット
0.45付近	灰みの赤の弱いスポット
0.65付近	くすんだ緑みの黄の弱いスポット
0.7付近	灰みの赤の弱いスポット
0.85付近	灰みの赤の弱いスポット
0.95付近	くすんだ黄赤の弱いスポット

**酢酸・酢酸ナトリウム試液, pH7.0** 酢酸ナトリウム三水和物 4.53 g を水に溶かし 100 mL とし, 薄めた酢酸 (100) (1 → 50) を加えて pH7.0 に調整する.

**酢酸メチル** CH<sub>3</sub>COOCH<sub>3</sub> [K 8382, 特級]

**シアノプロピルメチルフェニルシリコーン, 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.

**ジイソプロピルアミン** [(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH]<sub>2</sub>NH 無色澄明の液で, アミンよりの特異なにおいがある. 水又はエタノール (95) と混和する. 水溶液はアルカリ性である.

屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$ : 1.391 ~ 1.394

比重 (2.56)  $d_{20}^{20}$ : 0.715 ~ 0.722

**2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液** 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物溶液 (1 → 20) と pH7.0 の酢酸・酢酸ナトリウム試液を用時, 等容量混和する.

**ジチオジグリコール酸** C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub> 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの.

**ジチオジプロピオン酸** C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub> 生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの.

**シノキサシン, 定量用** C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [医薬品各条, 「シノキサシン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, シノキサシン (C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 99.0%以上を含むもの]

**ジブチルアミン** C<sub>8</sub>H<sub>19</sub>N 無色澄明な液である.

屈折率 (2.45)  $n_D^{20}$ : 1.415 ~ 1.419

密度 (2.56) (20°C) 0.756 ~ 0.761 g/mL

**ジベンズ[a,h]アントラセン** C<sub>22</sub>H<sub>14</sub> ごくうすい黄色~緑黄色の結晶性粉末又は粉末である. 水, メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない. 融点: 265 ~ 270°C

**確認試験** 本品につき, 純度試験を準用して試験を行うとき, 主ピークのマススペクトルに, 分子イオンピーク ( $m/z$  278)及びフラグメントイオンピーク ( $m/z$  139)を認める.

**純度試験** 類縁物質 本品 3.0 mg をメタノールに溶かし, 100 mL とし, 試料溶液とする. この液 1 μLにつき, 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) 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, ジベンズ[a,h]アントラセン以外のピークの合計量は 7.0 %以下である.

#### 試験条件

検出器: 質量分析計 (EI)

走査質量範囲: 15.00 ~ 300.00

測定時間: 12 ~ 30 分

カラム: 内径0.25 mm, 長さ30 mの石英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 ~ 0.5 μmで被覆する.

カラム温度: 45°C付近の一定温度で注入し, 毎分40°Cで240°Cまで昇温し, 240°Cを5分間保持した後, 毎分4°Cで300°Cまで昇温し, 次いで毎分10°Cで320°Cまで昇温し, 320°Cを3分間保持する.

注入口温度: 250°C付近の一定温度

インターフェース温度: 300°C付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: ジベンズ[a,h]アントラセンの保持時間が約27分となるように調整する.

スプリット比: スプリットレス

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 1  $\mu$ L から得たジベンズ[a,h]アントラセンのピーク面積が，試料溶液のジベンズ[a,h]アントラセンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する．

(ジメチルアミノ)アゾベンゼンスルホニルクロリド  $C_{14}H_{14}ClN_3O_2S$  生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの．

ジメキシメタン  $C_3H_8O_2$  無色澄明の揮発性を有する液体で，メタノール，エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する．

ジメンヒドリナート，定量用  $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$  [医薬品各条，「ジメンヒドリナート」ただし，乾燥したものを定量するとき，ジフェンヒドラミン ( $C_{17}H_{21}NO$ ) 53.8 ~ 54.9%及び 8-クロロテオフィリン ( $C_7H_7ClN_4O_2$ ) 45.2 ~ 46.1%を含むもの]

シャゼンシ，薄層クロマトグラフィー用 [医薬品各条，「シャゼンシ」ただし，次の試験に適合するもの]

#### 確認試験

(1) 本品の細末 1 g をとり，メタノール 3 mL を加え，水浴上で 3 分間加温する．冷後，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  $\mu$ L 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．次にアセトン/酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (10 : 10 : 3 : 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 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し，105°C で 10 分間加熱するとき，以下と同等のスポットを認める．

$R_f$ 値	スポットの色及び形状
0付近	ごく暗い青の強いスポット
0.08付近	ごく暗い青のスポット
0.1 ~ 0.2付近	ごく暗い青のリーディングしたスポット
0.25付近	こい青の強いスポット (プランタゴグアニジン酸に相当)
0.35付近	暗い灰みの青の強いスポット (ゲニポシド酸に相当)
0.45付近	灰みの黄みを帯びた緑の弱いスポット
0.50付近	こい黄緑の強いスポット (アクテオシドに相当)
0.6付近	うすい青の弱いスポット
0.85付近	こい青のスポット
0.9 ~ 0.95付近	灰みの青のテーリングしたスポット

(2) (1) の試験条件を準用する．ただし，展開溶媒に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6 : 1 : 1) を用いて試験を行うとき，以下と同等のスポットを認める．

$R_f$ 値	スポットの色及び形状
0付近	黄緑みの暗い灰色のスポット
0.05付近	暗い灰みの黄緑の弱いスポット
0.2付近	暗い緑の弱いスポット
0.25付近	暗い赤みの紫の強いスポット (ゲニポシド酸に相当)
0.35付近	あざやかな青の弱いスポット
0.4 ~ 0.45付近	くすんだ緑みの青の弱いテーリングしたスポット
0.45付近	こい黄緑の強いスポット (アクテオシドに相当)
0.5付近	こい青の強いスポット (プランタゴグアニジン酸に相当)
0.95付近	暗い灰みの青緑の強いスポット
0.97付近	暗い灰みの青緑のスポット

硝酸イソソルビド，定量用  $C_6H_8N_2O_8$  [医薬品各条，「硝酸イソソルビド」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド ( $C_6H_8N_2O_8$ ) 99.0%以上を含む．また，次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を水/メタノール混液 (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/メタノール混液 (1 : 1) 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  $\mu$ 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，試料溶液の硝酸イソソルビド以外のピークの合計面積は，標準溶液の硝酸イソソルビド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，移動相及び流量は「硝酸イソソルビド錠」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硝酸イソソルビドの保持時間の約 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、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 10  $\mu$ L から得た硝酸イソソルビドのピーク面積が、標準溶液の硝酸イソソルビドのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、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 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、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。

**ストロンチウム試液** 塩化ストロンチウム 76.5 g を水に溶かし、正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする (1000 ppm)。

**タウロウルソデオキシコール酸ナトリウム、薄層クロマトグラフィー用**  $C_{26}H_{44}NNaO_6S \cdot xH_2O$  白色~微褐色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくい。

確認試験 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測定するとき、波数 2940  $cm^{-1}$ , 1600  $cm^{-1}$ , 1410  $cm^{-1}$ , 1305  $cm^{-1}$ , 1195  $cm^{-1}$ , 1080  $cm^{-1}$ , 1045  $cm^{-1}$ , 980  $cm^{-1}$ , 950  $cm^{-1}$ , 910  $cm^{-1}$  及び 860  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +40 ~ +50° (40 mg, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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  $\mu$ L ずつにつき、「ユウタン」の確認試験を準用し、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ポットより濃くない。

**テオフィリン、定量用**  $C_7H_8N_4O_2$  [医薬品各条、「テオフィリン」ただし、次の試験に適合するもの]

純度試験 類縁物質 本品 50 mg を水に溶かし、100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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、試料溶液のテオフィリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のテオフィリンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：270 nm)

カラム：内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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：40°C 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸 (100) (1  $\rightarrow$  100) / メタノール混液 (4 : 1)

流量：テオフィリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：テオフィリンの保持時間の約 3 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たテオフィリンのピーク面積が、標準溶液のテオフィリンのピーク面積の 15 ~ 25% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリ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、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テオフィリンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

**テストステロン**  $C_{19}H_{28}O_2$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 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測定するとき、波数 3530  $cm^{-1}$ , 3380  $cm^{-1}$ , 1612  $cm^{-1}$ , 1233  $cm^{-1}$ , 1067  $cm^{-1}$  及び 1056  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**デメキシクルクミン**  $C_{20}H_{18}O_5$  黄色~だいたい色の結晶性の粉末又は粉末である。メタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：166 ~ 170°C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  400000) 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 416 ~ 420 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 4 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 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 5  $\mu$ 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する。次にジクロロメタン/メタノール混液 (19 : 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 365 nm）を照射するとき、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。

（2）本品 1.0 mg 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 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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、試料溶液のデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は「ウコン」の成分含量測定法の試験条件を準用する。

検出器：可視吸光度計（測定波長：422 nm）

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデメトキシクルクミンの保持時間の約 4 倍の範囲

#### システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「ウコン」の成分含量測定法のシステム適合性を準用する。

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  $\mu$ L から得たデメトキシクルクミンのピーク面積が、標準溶液のデメトキシクルクミンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

銅試液（2）、アルカリ性 無水炭酸ナトリウム 20 g を希水酸化ナトリウム試液に溶かして 1000 mL とし、A 液とする。

硫酸銅（II）五水和物 0.5 g を酒石酸ナトリウムカリウム四水和物溶液（1 → 100）に溶かして 100 mL とし、B 液とする。A 液 50 mL に B 液 1 mL を加える。用時製する。

1% トリエチルアミン・リン酸緩衝液、pH3.0 トリエチルアミン 10 g を水 950 mL に溶かし、リン酸を加えて pH3.0 に調整した後、正確に 1000 mL とする。

ドロキシドパ、定量用  $C_9H_{11}NO_5$  [医薬品各条、「ドロキシドパ」ただし、乾燥したものを定量するとき、ドロキシドパ（ $C_9H_{11}NO_5$ ）99.5% 以上を含むもの]

1-ノナンスルホン酸ナトリウム  $CH_3(CH_2)_8SO_3Na$  白色の結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

乾燥減量（2.41） 1.0% 以下（1 g, 105°C, 3 時間）。

強熱残分（2.44） 30 ~ 32%（0.5 g）。

ハートインフュージョンカンテン培地 生化学用に製造したもの。

パラオキシ安息香酸ヘキシル  $C_{13}H_{18}O_3$  白色の結晶又は結晶性粉末である。

融点（2.60） 49 ~ 53°C

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 = 222.3 mg  $C_{13}H_{18}O_3$

パラオキシ安息香酸ヘプチル  $C_{14}H_{20}O_3$  白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点（2.60） 45 ~ 50°C

含量 98.0% 以上。定量法 本品約 3.5 g を精密に量り、薄めた *N,N*-ジメチルホルムアミド（4 → 5）50 mL に溶かし、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。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 236.3 mg  $C_{14}H_{20}O_3$

バルプロ酸ナトリウム、定量用  $C_8H_{15}NaO_2$  [医薬品各条、「バルプロ酸ナトリウム」ただし、乾燥したものを定量するとき、バルプロ酸ナトリウム（ $C_8H_{15}NaO_2$ ）99.0% 以上を含むもの]

ヒオデオキシコール酸、薄層クロマトグラフィー用  $C_{24}H_{40}O_4$  白色~微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ノール（99.5）に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験 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測定するとき、波数 2940  $cm^{-1}$ 、2840  $cm^{-1}$ 、2360  $cm^{-1}$ 、1740  $cm^{-1}$ 、1460  $cm^{-1}$ 、1340  $cm^{-1}$ 、1200  $cm^{-1}$ 、1160  $cm^{-1}$ 、1040  $cm^{-1}$  及び 600  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

旋光度（2.49）  $[\alpha]_D^{20}$  : +7 ~ +10°（0.4 g, エタノール（99.5）, 20 mL, 100 mm）。

融点（2.60） 198 ~ 205 °C

純度試験 類縁物質 本品 20 mg をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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  $\mu$ 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する。次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（7:2:1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した