

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、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。

**ビスデメトキシクルクミン**  $C_{19}H_{16}O_4$  黄色～だいたい色の結晶性の粉末である。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。融点：213～217°C

**確認試験** 本品のメタノール溶液(1→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413～417 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、試料溶液のビスデメトキシクルクミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のビス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ビス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から得たビスデメトキシクルクミンのピーク面積が、標準溶液のビス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。

**ビス(1,1-トリフルオロアセトキシ)ヨードベンゼン**  $C_{10}H_3F_6O_4$  生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

**10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸、成分含量測定用** 薄層クロマトグラフィー用10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸。ただし、次の試験に適合するもの。

**純度試験** 類縁物質 本品10 mgをメタノール100 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10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸以外のピークの合計面積は、標準溶液の10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸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「ローヤルゼリー」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10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸の保持時間の約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「ローヤルゼリー」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10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク面積が、標準溶液の10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸のピーク面積の3.5～6.5%になることを確認する。

**10-ヒドロキシ-2-(E)-デセン酸、薄層クロマトグラフィー用**  $C_{10}H_{18}O_3$  白色の結晶性の粉末である。メタノールに極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

**確認試験** 本品のエタノール(99.5)溶液(1→125000)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206～210 nmに吸収の極大を示す。

融点(2.60) 63～66°C

**純度試験** 類縁物質 本品5.0 mgにジエチルエーテル1 mLを正確に加えて溶かした液20  $\mu$ Lにつき、「ローヤルゼリー」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。

**ピホナゾール**  $C_{22}H_{18}N_2$  [医薬品各条]

**ピリジン-ギ酸緩衝液、0.2mol/L, pH 3.0** ピリジン15.82 gに水900 mLを加えてよくかき混ぜ、薄めたギ酸(1→2)を

加えて pH3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

**フェニトイン, 定量用**  $C_{15}H_{12}N_2O_2$  [医薬品各条, 「フェニトイン」ただし, 次の試験に適合するもの]

**純度試験 類縁物質** 本品 25 mg を移動相 50 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  $\mu$ 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, 試料溶液のフェニトイン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のフェニトインのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

カラム, カラム温度及び流量は「フェニトイン錠」の定量法の試験条件を準用する。

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220 nm)

移動相: pH3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (11:9)

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からフェニトインの保持時間の約 5 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認: 標準溶液 2 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 10  $\mu$ L から得たフェニトインのピーク面積が, 標準溶液のフェニトインのピーク面積の 8 ~ 12% になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液 10  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, フェニト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 6000 段以上, 2.0 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, フェニトインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

**フェニルイソチオシアネート**  $C_7H_5NS$  生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

**フェノバルビタール, 定量用**  $C_{12}H_{12}N_2O_3$  [医薬品各条, 「フェノバルビタール」]

**ブシモノエステルアルカロイド混合標準試液, 成分含量測定用** 成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニン (別途水分を測定しておく) 約 20 mg, 成分含量測定用塩酸ベンゾイルヒパコニン (別途水分を測定しておく) 約 10 mg 及び成分含量測定用塩酸 14-アニソイルアコニン (別途水分を測定しておく) 約 20 mg を精密に量り, ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン混液 (183:17) に溶かし, 正確に 1000 mL とする。この液 20  $\mu$ L につき成分含量測定用塩酸ベンゾイルメサコニンの純度試験を準用し, 試験を行うとき, 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を認め, 各ピーク面積の比はほぼ 2:1:2 である。

**ブタ胆汁末, 薄層クロマトグラフィー用** 黄灰色~黄褐色の粉末で特異なおいがあり, 味は苦い。水, メタノール又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

**確認試験** 本品 0.1 g をねじり試験管に入れ, 水酸化ナトリウム溶液 (3 → 25) 1 mL を加えて振り混ぜる。120°C の油浴中で 4 時間加熱した後, 微温とし, 3 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び酢酸エチル 2 mL を加え, 50°C で 30 分間振り混ぜ, 酢酸エチル層を分取して試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用ヒオデオキシコール酸 10 mg をメタノール 5 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 2  $\mu$ 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, 試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは, 標準溶液から得たスポットと色調及び  $R_f$  値が等しい。

**フタル酸ビス(シス-3,3,5-トリメチルシクロヘキシル)**  $C_4H_4[COOC_6H_8(CH_3)_3]_2$  白色の結晶性の粉末である。

融点 (2.60) 91 ~ 94°C

**9-フルオレニルメチルクロロギ酸**  $C_{15}H_{11}ClO_2$  生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

**7-フルオロ-4-ニトロベンゾ-2-オキサ-1,3-ジアゾール**  $C_6H_2FN_3O_3$  生化学用又はアミノ酸分析用に製造したもの。

**フルトプラゼパム, 定量用**  $C_{19}H_{16}ClFN_2O$  [医薬品各条, 「フルトプラゼパム」ただし, 乾燥したものを定量するとき, フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) 99.5% 以上を含むもの]

**ペリルアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用**  $C_{10}H_{14}O$  無色~うすい褐色の透明な液体で, 特異なおいがある。メタノール又はエタノール (99.5) と混和し, 水に極めて溶けにくい。

**確認試験** 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により測定するとき, 波数 3080  $cm^{-1}$ , 2930  $cm^{-1}$ , 1685  $cm^{-1}$ , 1644  $cm^{-1}$ , 1435  $cm^{-1}$  及び 890  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**純度試験 類縁物質** 本品 1.0 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 10  $\mu$ L につき, 「ソヨウ」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。

**ペリルアルデヒド, 成分含量測定用** 薄層クロマトグラフィー用ペリルアルデヒド。ただし, 次の試験に適合するもの。

吸光度 (2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$  (230 nm) : 850 ~ 950 (10 mg, メタノール, 2000 mL)。

純度試験 類縁物質 本品 10 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 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、試料溶液のペリルアルデヒド以外のピークの合計面積は、標準溶液のペリルアルデヒ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「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ペリルアルデヒドの保持時間の約 3 倍の範囲

#### システム適合性

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

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 から得たペリルアルデヒドのピーク面積が、標準溶液のペリルアルデヒドのピーク面積の 3.5 ~ 6.5% になることを確認する。

**ベンズ[a]アントラセン**  $C_{18}H_{12}$  白色～黄色の結晶性の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：158 ~ 163 $^{\circ}$ 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 ( $m/z$  228) 及びフラグメントイオンピーク ( $m/z$  114) 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  $\mu$ 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、ベンズ[a]アントラセン以外のピークの合計量は、2.0% 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 ~ 0.5  $\mu$ m で被覆する。

カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度で注入し、毎分 40 $^{\circ}$ C で 240 $^{\circ}$ C まで昇温し、240 $^{\circ}$ C を 5 分間保持した後、毎分 4 $^{\circ}$ C で 300 $^{\circ}$ C まで昇温し、次いで毎分 10 $^{\circ}$ C で 320 $^{\circ}$ C まで昇温し、320 $^{\circ}$ C を 3 分間保持する。

注入口温度：250 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

インターフェース温度：300 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ベンズ[a]アントラセンの保持時間が約 15 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 から得たベンズ[a]アントラセンのピーク面積が、試料溶液のベンズ[a]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。

**ベンゾ[a]ピレン**  $C_{20}H_{12}$  うすい黄色～緑黄色の結晶性の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：176 ~ 181 $^{\circ}$ 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 ( $m/z$  252) 及びフラグメントイオンピーク ( $m/z$  125) 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  $\mu$ 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、ベンゾ[a]ピレン以外のピークの合計量は、3.0% 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 ~ 0.5  $\mu$ m で被覆する。

カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度で注入し、毎分 40 $^{\circ}$ C で 240 $^{\circ}$ C まで昇温し、240 $^{\circ}$ C を 5 分間保持した後、毎分 4 $^{\circ}$ C で 300 $^{\circ}$ C まで昇温し、次いで毎分 10 $^{\circ}$ C で 320 $^{\circ}$ C まで昇温し、320 $^{\circ}$ C を 3 分間保持する。

注入口温度：250 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

インターフェース温度：300℃付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ベンゾ[a]ピレンの保持時間が約 22 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 から得たベンゾ[a]ピレンのピーク面積が、試料溶液のベンゾ[a]ピレンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

**ホウ酸・塩化マグネシウム緩衝液, pH9.0** ホウ酸 3.1g を希水酸化ナトリウム試液 210 mL に溶かし、塩化マグネシウム六水和物溶液 (1 → 50) 10 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。必要ならば pH9.0 に調整する。

**ポリエチレングリコール 2-ニトロテレフタレート, 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。

**ポリメチルシロキサン, 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。

**マレイン酸イルソグラジン**  $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$  [医薬品各条, 「イルソグラジンマレイン酸塩」]

**マレイン酸イルソグラジン, 定量用**  $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$  [医薬品各条, 「イルソグラジンマレイン酸塩」ただし, 乾燥したものを定量するとき, イルソグラジンマレイン酸塩 ( $C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$ ) 99.5%以上を含むもの]

**ミリスチシン, 薄層クロマトグラフィー用**  $C_{11}H_{22}O_2$  無色の澄明な液で, 特異なにおいがある。エタノール(95)に混和し, 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)の液膜法により測定するとき, 波数 3080  $cm^{-1}$ , 2890  $cm^{-1}$ , 1633  $cm^{-1}$ , 1508  $cm^{-1}$ , 1357  $cm^{-1}$ , 1318  $cm^{-1}$ , 1239  $cm^{-1}$ , 1194  $cm^{-1}$ , 1044  $cm^{-1}$ , 994  $cm^{-1}$ , 918  $cm^{-1}$ , 828  $cm^{-1}$  及び 806  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**純度試験 類縁物質** 本品 20 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り, エタノール (95) 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 5  $\mu$ L につき, 「ニクズク」の確認試験を準用して試験を行うとき, 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。

**(E)-2-メトキシシナナムアルデヒド, 薄層クロマトグラフィー用**  $C_{10}H_{10}O_2$  白色~黄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。融点: 44 ~ 50℃

**確認試験**

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 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するとき, 波長 283 ~ 285 nm 及び 332 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

(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測定するとき, 波数 1675  $cm^{-1}$ , 1620  $cm^{-1}$ , 1490  $cm^{-1}$ , 1470  $cm^{-1}$ , 1295  $cm^{-1}$ , 1240  $cm^{-1}$ , 1165  $cm^{-1}$ , 1130  $cm^{-1}$ , 1025  $cm^{-1}$ , 980  $cm^{-1}$ , 760  $cm^{-1}$  及び 600  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**純度試験 類縁物質** 本品 10 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 5  $\mu$ L につき, 「牛車腎気丸エキス」の確認試験 (5) (ii) を準用し, 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-メトキシ-4-メチルフェノール**  $C_8H_{10}O_2$  無色~微黄色の液で, メタノール又はエタノール (99.5) に混和し, 水に溶けにくい。凝固点: 3 ~ 8℃

**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 1511  $cm^{-1}$ , 1423  $cm^{-1}$ , 1361  $cm^{-1}$ , 1268  $cm^{-1}$ , 1231  $cm^{-1}$ , 1202  $cm^{-1}$ , 1148  $cm^{-1}$ , 1120  $cm^{-1}$ , 1031  $cm^{-1}$ , 919  $cm^{-1}$ , 807  $cm^{-1}$  及び 788  $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**純度試験 類縁物質** 本品 0.2  $\mu$ 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, 2-メトキシ-4-メチルフェノール以外のピークの合計面積は, 3.0 % 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  $\mu$ m で被覆する。

カラム温度: 100℃付近の一定温度で注入し, 毎分 5℃で 130℃まで昇温し, その後, 毎分 2℃で 140℃まで昇温し, 次いで毎分 15℃で 200℃まで昇温し, 200℃を 2 分間保持する。

注入口温度: 200℃

検出器温度：250℃

キャリアーガス：ヘリウム

流量：2-メトキシ-4-メチルフェノールの保持時間が約10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

システムの性能：本品60 mgをメタノールに溶かし、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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、2-メトキシ-4-メチルフェノールのピークのシンメトリー係数は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 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、2-メトキシ-4-メチルフェノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

**4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸・酢酸・エタノール試液、噴霧用** エタノール(95)9 mLに4-メトキシベンズアルデヒド0.5 mLを加え、穏やかに混和後、硫酸0.5 mL及び酢酸(100)0.1 mLの順に穏やかに加え、よく混和する。

**メベンダゾール** C<sub>16</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> 本品は白色の粉末で、水又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

**メルカプトエタンスルホン酸** C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</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。

**陽極液 A、水分測定用** ジエタノールアミン100 gを水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液(1：1)900 mLに溶かし、冷却しながら乾燥二酸化イオウを通じ、増量が64 gに達したとき、ヨウ素20 gを加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。この液600 mLに水分測定用クロロホルム400 mLを加える。

**四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液** 四ホウ酸ナトリウム十水合物9.5 gに精製硫酸1000 mLを加え、一晚かき混ぜて溶かす。

**リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液、pH7.5** 0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液1000 mLに、クエン酸一水合物5.25 gを水に溶かして1000 mLとした液を加えてpH7.5に調整する。

**リン酸トリス(4-*t*-ブチルフェニル)** [(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>CC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>O]<sub>3</sub>PO 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点(2.60) 100 ~ 104℃

**リン酸二水素カリウム試液、0.01mol/L、pH4.0** リン酸二水素カリウム1.4 gを水1000 mLに溶かし、リン酸を加えてpH4.0に調整する。

**レバミピド、定量用** C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub> [医薬品各条、「レバミピド」ただし、乾燥したものを定量するとき、レバミピド(C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)99.5%以上を含むもの]

**ロガニン、成分含量測定用** 薄層クロマトグラフィー用ロガニン。ただし、次の試験に適合するもの。

吸光度(2.24)  $E_{1cm}^{1\%}$  (235 nm)：275 ~ 303 (デシケーター(シリカゲル)で24時間乾燥後、5 mg、メタノール、500 mL)。純度試験 類縁物質 本品2 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100 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、試料溶液のロガニン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロガニ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「牛車腎気丸エキス」の定量法(1)の試験条件を準用する。

面積測定範囲：ロガニンの保持時間の約3倍の範囲

#### システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「牛車腎気丸エキス」の定量法(1)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、移動相を加えて正確に20 mLとする。この液10 μLから得たロガニンのピーク面積が、標準溶液のロガニンのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

**ロバスタチン** C<sub>24</sub>H<sub>36</sub>O<sub>5</sub> 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又は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。

旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{25}$ ：+325 ~ +340° (乾燥物に換算したもの50 mg、アセトニトリル、10 mL、100 mm)。

乾燥減量(2.41) 1.0%以下(1 g、減圧・0.67 kPa以下、60℃、3時間)。

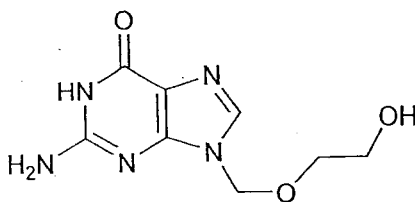
## 9.42 クロマトグラフィー用担体／充てん剤

9.42 クロマトグラフィー用担体／充てん剤の条に次の項を加える。

スルホンアミド基を結合したヘキサデシルシリル化シリカゲル, 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。

## アシクロビル

Aciclovir



$C_8H_{11}N_5O_3$  : 225.20

2-Amino-9-[(2-hydroxyethoxy)methyl]-1,9-dihydro-6H-purin-6-one

[59277-89-3]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アシクロビル ( $C_8H_{11}N_5O_3$ ) 98.5 ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

### 確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はアシクロビル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シクロビル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。

### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

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

(2) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 定量法で得た試料溶液を試料溶液とする。別にグアニン約 25 mg を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 100 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 100 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。それぞれの液のグアニンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  から、次式によりグアニンの量を求めるとき、0.7% 以下である。また、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アシクロビル及びグアニン以外の個々の類縁物質の量を求めるとき、0.2% 以下である。更に上記で求めたグアニンの量及び面積百分率法で求めた各々の類縁物質の量の合計は 1.5% 以下である。

$$\text{グアニンの量 (\%)} = (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (2/5)$$

$W_S$  : グアニンの秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (mg)

### 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アシクロビルの保持時間の約 8 倍の範囲

### システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 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 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  $\mu$ L から得たアシクロビルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のアシクロビルのピーク面積の 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、グアニンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 6.0%以下 (50 mg, 電量滴定法)。

強熱残分 (2.44) 0.1%以下 (1 g)。

定量法 本品及びアシクロビル標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 20 mg ずつを精密に量り, それぞれ希水酸化ナトリウム試液 1 mL に溶かし, 移動相を加えてそれぞれ正確に 20 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 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, それぞれの液のアシクロビルのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

アシクロビル ( $C_8H_{11}N_5O_3$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (A_T / A_S)$

$W_S$ : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の秤取量 (mg)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3  $\mu$ 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: 20°C 付近の一定温度

移動相: 1-デカンサルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 6.0 g を水 1000 mL に溶かし, リン酸を加えて pH 3.0 に調整する。この液にアセトニトリル 40 mL を加える。

流量: アシクロビルの保持時間が約 3 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: 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし, グアニンの希水酸化ナトリウム試液溶液 (1  $\rightarrow$  4000) 2 mL を加え, 移動相を加えて 100 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, アシクロビル, グアニンの順に溶出し, その分離度は 17 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, アシクロビル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 密閉容器。



## アセメタシンカプセル

Acemetacin Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0% に対応するアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ : 415.82) を含む。

**製法** 本品は「アセメタシン」をとり、カプセル剤の製法により製する。

**確認試験** 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い「アセメタシン」0.1 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、メタノールを減圧で留去する。残留物にメタノール 1 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアセメタシン 10 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 2  $\mu$ 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**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、内容物を取り出し、メタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、1 mL 中にアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 0.6 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に  $V$  mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/50)$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  1000)

**溶出性 (6.10)** 試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を使い、シンカーを使用して、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 70% 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 0.45  $\mu$ m 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 中にアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 33  $\mu$ 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、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 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 319 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 180$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

$C$ : 1 カプセル中のアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) の表示量 (mg)

**定量法** 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 30 mg に対応する量を精密に量り、メタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30 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、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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セメタシンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (Q_T/Q_S)$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (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  $\mu$ 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：酢酸（100）6 gに水を加えて1000 mLとした液に、酢酸ナトリウム三水和物 1.36 gを水 100 mLに溶かした液を加えて pH 3.2 に調整する。この液 200 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量：アセメタシンの保持時間が約 7 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：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 2 mL に内標準溶液 2 mL を加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 20  $\mu$ 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、内標準物質の順に溶出し、アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質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 20  $\mu$ 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セメタシ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 容 器 気密容器。

## アセメタシン錠

Acemetacin Tablets

本品は定量するとき、表示量の93.0～107.0%に対応するアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ : 415.82) を含む。

**製法** 本品は「アセメタシン」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「アセメタシン」0.1 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、メタノールを減圧で留去する。残留物をメタノール 1 mL に溶かし、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアセメタシン 10 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 2  $\mu$ 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**錠剤均一性 (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、水 3 mL を加え、錠剤が崩壊するまで振り混ぜる。次にメタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、1 mL 中にアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 1.2 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に  $V$  mL とする。この液を遠心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{アセメタシン } (C_{21}H_{18}ClNO_6) \text{ の量 (mg)} = W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/25)$$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 → 250)

**溶出性 (6.10)** 試験液に溶出試験第 2 液 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 45 分間の溶出率は 80% 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 0.45  $\mu$ m 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 中にアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 33  $\mu$ 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、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 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 319 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\text{アセメタシン } (C_{21}H_{18}ClNO_6) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} = W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 180$$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のアセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) の表示量 (mg)

**定量法** 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アセメタシン ( $C_{21}H_{18}ClNO_6$ ) 約 0.6 g に対応する量を精密に量り、メタノール 120 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アセメタシンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30 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 1 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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セメタシンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{アセメタシン } (C_{21}H_{18}ClNO_6) \text{ の量 (mg)} = W_s \times (Q_T/Q_S) \times 20$$

$W_s$ : 定量用アセメタシンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ヘキシルのメタノール溶液 (1 → 250)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (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  $\mu$ 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填する。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

流量：アゼラスチンの保持時間が約6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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、アゼラスチン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  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ゼラスチ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 容器 気密容器。

**アゼラスチン塩酸塩顆粒**  
Azelastine Hydrochloride Granules  
塩酸アゼラスチン顆粒

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0% に対応するアゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ : 418.36) を含む。

**製法** 本品は「アゼラスチン塩酸塩」をとり、顆粒剤の製法により製する。

**確認試験** 本品の表示量に従い「アゼラスチン塩酸塩」2 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え、30 分間超音波処理し、冷後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液につき、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 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

**溶出性 (6.10)** 試験液に pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 45 分間の溶出率は 80% 以上である。

本品の表示量に従いアゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ) 約 1 mg に対応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液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5  $\mu m$  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、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu L$  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、それぞれの液のアゼラスチンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

アゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
 $= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 5)$

$W_S$ : 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1 g 中のアゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

**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 50  $\mu L$  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 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50  $\mu L$  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 2.0% 以下である。

**粒度 (6.03)** 試験を行うとき、適合する。

**定量法** 本品のアゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 20 分間超音波処理し、エタノール (99.5) 40 mL を加えた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用塩酸アゼラスチンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL 及びエタノール (99.5) 40 mL を加えた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にエタノール (99.5) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu L$  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ゼラスチンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

アゼラスチン塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$

$W_S$ : 定量用塩酸アゼラスチンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル 0.2 g をエタノール (99.5) に溶かし、100 mL とする。

**試験条件**

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 285 nm)

カラム: 内径 4.6 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: アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸 (100) (1 → 250) 溶液 (1 → 500) 混液 (11: 9)

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

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 減圧, 60°C, 4 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 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.90 mg  $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$

#### 貯法

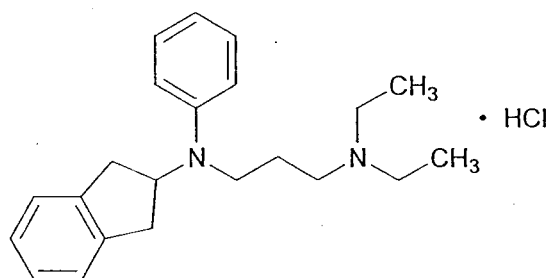
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## アプリンジン塩酸塩

Aprindine Hydrochloride

塩酸アプリンジン



$C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$  : 358.95

*N*-(2,3-Dihydro-1*H*-inden-2-yl)-*N,N'*-diethyl-*N*-phenylpropane-1,3-diamine monohydrochloride

[33237-74-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) 98.5 ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末であり、味は苦く、舌を麻ひする。

本品は水、メタノール又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすい。

本品は光によって徐々に褐色となる。

### 確認試験

(1) 本品 10 mg を塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) に溶かし、50 mL とする。この液につき、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。

(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 → 50) 5 mL に希硝酸 1 mL を加えた液は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

**pH** (2.54) 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 6.4 ~ 7.0 である。

**融点** (2.60) 127 ~ 131°C

### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。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 420 nm における吸光度は 0.10 以下である。

(2) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 25 mg を移動相 10 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 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、試料溶液のアプリンジン以外のピーク面積は、標準溶液のアプリンジンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

#### 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 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：リン酸二水素カリウム 3.40 g を水 500 mL に溶かし、塩酸を加えて pH 3.0 に調整した液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量：アプリンジンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

面積測定範囲：アプリンジンの保持時間の約 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、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10  $\mu$ L から得たアプリンジンのピーク面積が、標準溶液のアプリンジンのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、アプリンジ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。

移動相：酢酸（100）6 g に水を加えて 1000 mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 100 mL に溶かした液を加えて pH3.2 に調整する．この液 200 mL にアセトニトリル 300 mL を加える．

流量：アセメタシンの保持時間が約 7 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：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 に内標準溶液 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，内標準物質の順に溶出し，アセメタシンとインドメタシン及びインドメタシンと内標準物質の分離度は，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，内標準物質のピーク面積に対するアセメタシ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 容 器 気密容器．



## アプリンジン塩酸塩カプセル

Aprindine Hydrochloride Capsules

塩酸アプリンジンカプセル

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0% に対応するアプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ : 358.95) を含む。

**製法** 本品は「アプリンジン塩酸塩」をとり、カプセル剤の製法により製する。

**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法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 268 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。

**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、内容物を取り出し、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) 30 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にアプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) 約 0.2 mg を含む液となるように塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加えて正確に  $V$  mL とし、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。以下定量法を準用する。

アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T / A_S) \times (V / 250)$

$W_s$ : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

**溶出性 (6.10)** 試験液に水 900 mL を使い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 80% 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 0.45  $\mu$ m 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 中にアプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) 約 11  $\mu$ g 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。別に定量用塩酸アプリンジンを 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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) により試験を行い、それぞれの液のアプリンジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

$W_s$ : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

$C$ : 1 カプセル中のアプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 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: リン酸二水素カリウム 3.40 g を水 500 mL に溶かし、塩酸を加えて pH3.0 に調整した液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量: アプリンジンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

### システム適合性

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、アプリンジ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  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アプリンジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

**定量法** 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) 60 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加え、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) を加えて正確に 50 mL とし、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。別に定量用塩酸アプリンジンを 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、塩酸の薄めたエタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 125) 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 265 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

アプリンジン塩酸塩 ( $C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T / A_S) \times 2$

$W_s$  : 定量用塩酸アプリンジンの秤取量 (mg)

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。