

確認試験 本品 4 mg をとり、塩酸のメタノール溶液（19 → 20000）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するとき、波長 221 ～ 225 nm, 261 ～ 265 nm 及び 354～358 nm に吸収の極大を示す。

pH(2.54) 本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」0.1 g（力価）に対応する量を取り、水 10 mL に溶かした液の pH は 2.0 ～ 3.5 である。

純度試験 類縁物質 本操作は、試料溶液を調製後、速やかに試験を行う。本品の表示量に従い「ミノサイクリン塩酸塩」0.1 g（力価）に対応する量を取り、移動相に溶かして 100mL とする。この液 25 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 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、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ミノサイクリンに対する相対保持時間約 0.83 のエピミノサイクリンの量を求めるとき、6.0%以下である。

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ミノサイクリンの保持時間の約 2.5 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：定量法の標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL 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 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 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積の 3.5 ～ 6.5% になることを確認する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

水分(2.48) 本品 1 個の質量を精密に量り、水分測定用メタノール 2 mL を正確に加え、内容物を溶かした後、その 1 mL を正確に量り、容量滴定法の逆滴定により試験を行うとき、3.0%以下である。

エンドキシン(4.01) 1.25 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 「ミノサイクリン塩酸塩」約 0.1 g（力価）に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にミノサイクリン塩酸塩標準品の約 25 mg（力価）に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、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 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、それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7) \text{ の量 [mg (力価)]} = W_S \times (A_T / A_S) \times 4$$

W_S : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg (力価)]

試験条件

検出器、カラム、カラム温度及び流量は「ミノサイクリン塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する。

移動相：シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（7 → 250）/N,N-ジメチルホルムアミド/0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液混液（11 : 5 : 4）にテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を加

えて pH6.5 に調整する。

システム適合性

システムの性能：塩酸ミノサイクリン 50 mg をとり，水に溶かし 25mL とする。この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱した後，水を加えて 25 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，エピミノサイクリン，ミノサイクリンの順に溶出し，その分離度は 2.5 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，ミノサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

貯法 容器 密封容器。

医薬品各条の部 メダゼパムの条基原の項，性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

メダゼパム

本品を乾燥したものは定量するとき，メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) 98.5 ~ 101.0% を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール，エタノール (99.5)，酢酸 (100) 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。

本品は光によって徐々に黄色に着色する。

確認試験

(1) 本品 10 mg をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かすとき，液は濃だいたい色を呈し，水浴中で 3 分間加熱するとき，暗赤色に変わる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 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。

医薬品各条の部 メチルドパ錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

メチルドパ錠

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，0.05 mol/L 硫酸試液 50 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜ，更に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液のメチルドパ ($C_{10}H_{13}NO_4$) 約 5 mg に対応する容量 V mL を正確に量り，酒石酸鉄 (II) 試液 5 mL を正確に加え，更に pH 8.5 のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。別にメチルドパ標準品 (別途 125°C，2 時間で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 0.11 g を精密に量り，0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし，正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，酒石酸鉄 (II) 試液 5 mL を正確に加え，更に pH 8.5 のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に 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 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メチルドパ ($C_{10}H_{13}NO_4$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (5 / V)$

W_5 : 乾燥物に換算したメチルドバ標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 メフルシド錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

メフルシド錠

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、メタノール40 mLを加え、時々振り混ぜながら超音波処理して崩壊させた後、更に10分間超音波処理し、1 mL中にメフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) 約0.5 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5 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{メフルシド } (C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2) \text{ の量 (mg)} = W_5 \times (A_T/A_S) \times (V/125)$$

W_5 : 定量用メフルシドの秤取量 (mg)

医薬品各条の部 モルヒネ塩酸塩錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

モルヒネ塩酸塩錠

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、モルヒネ塩酸塩水和物 ($C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$) 2 mg 当たり内標準溶液1 mLを正確に加え、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、更にときどき振り混ぜながら15分間超音波処理し、1 mL中にモルヒネ塩酸塩水和物 ($C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O$) 約0.4 mgを含む液になるように水を加えて V mLとする。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{モルヒネ塩酸塩水和物 } (C_{17}H_{19}NO_3 \cdot HCl \cdot 3H_2O) \text{ の量 (mg)} = W_5 \times (Q_T/Q_S) \times (V/50) \times 1.1679$$

W_5 : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量 (mg)

内標準溶液 塩酸エチレフリン溶液 (1 → 500)

医薬品各条の部 葉酸錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

葉酸錠

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、希水酸化ナトリウム試液50 mLを加え、しばしば振り混ぜた後、ろ過する。残留物を希水酸化ナトリウム試液で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、更に希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100 mLとし、試料原液とする。この液30 mLを正確に量り、希塩酸20 mL及び水を加えて正確に100 mLとする。この液60 mLを正確に量り、亜鉛末0.5 gを加え、しばしば振り混ぜ、20分間放置する。次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液 V mLを正確に量り1 mL中に葉酸 ($C_{19}H_{19}N_7O_6$) 約15 μ 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。別に葉酸標準品約50 mg (別途「葉酸」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100 mLとする。この液30 mLを正確に量り、希塩酸20 mL及び水を加えて正確に100 mLとする。この液60 mLを正確に量り、亜鉛末0.5 gを加え、しばしば振り混ぜ、20分間放置する。次にこの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液10 mLを

除き、次のろ液 10 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 4 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 1 mL 希塩酸 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 1000) 1 mL を加えて混和した後、2 分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム溶液 (1 → 200) 1 mL を加えよく振り混ぜた後、2 分間放置する。これらの液に *N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩溶液 (1 → 1000) 1 mL ずつを加え、振り混ぜた後、10 分間放置し、水を加えて正確に 20 mL とする。別に試料原液 30 mL を正確に量り、希塩酸 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 *V* mL を正確に量り 1 mL 中に葉酸 (C₁₉H₁₉N₇O₆) 約 15 μg を含む液となるように水を加えて正確に *V'* mL とする。次にこの液 4 mL を正確に量り、試料溶液と同様に操作して得た液を空試験液とする。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液並びに空試験液につき、水 4 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 550 nm における吸光度 *A_T*、*A_S* 及び *A_C* を測定する。

$$\text{葉酸 (C}_{19}\text{H}_{19}\text{N}_7\text{O}_6\text{) の量 (mg)} = W_S \times \{(A_T - A_C) / A_S\} \times (V' / V) \times (1 / 10)$$

W_S : 脱水物に換算した葉酸標準品の秤取量 (mg)

医薬品各条の部 葉酸注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

葉酸注射液

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。

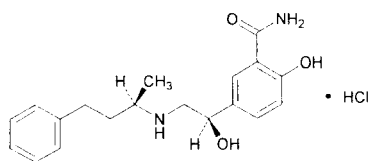
無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

医薬品各条の部 精製ラノリンの条の次に次の二条を加える。

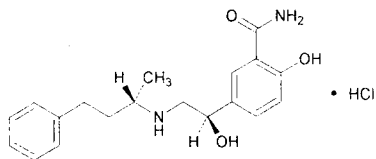
ラベタロール塩酸塩

Labetalol Hydrochloride

塩酸ラベタロール



及び鏡像異性体



及び鏡像異性体

C₁₉H₂₄N₂O₃ · HCl : 364.87

2-Hydroxy-5-[(1*S*)-1-hydroxy-2-[(1*S*)-1-methyl-3-phenylpropylamino]ethyl]benzamide monohydrochloride

2-Hydroxy-5-((1*S*)-1-hydroxy-2-((1*S*)-1-methyl-3-phenylpropylamino)ethyl)benzamide monohydrochloride
[32780-64-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、ラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 98.5 ~ 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 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける。

融点：約 181°C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.05 mol/L 硫酸試液溶液 (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 → 50) は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

pH(2.54) 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

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) 類縁物質 本品 0.8 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 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 5 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する。次に酢酸エチル/2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (25 : 15 : 8 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、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) 1.0%以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1%以下 (1 g)。

異性体比 本品 5 mg を *n*-ブチルボロン酸の無水ピリジン溶液 (3 → 250) 0.7 mL に溶かした後、20 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液 2 μ 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。ラベタロールの 2 本に分離した異性体の保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のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_b / (A_a + A_b)$ は 0.45 ~ 0.55 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 0.53 mm、長さ 25 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メチルシリコーンポリマーを厚さ 5 μ m で被覆する。

カラム温度：290°C 付近の一定温度

注入口温度：350°C 付近の一定温度

検出器温度：350°C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：ラベタロールの 2 本のピークのうち、先に流出するピークの保持時間が約 9 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：試料溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ラベタロールの 2 本のピークの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：試料溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ラベタロールの保持時間の小さい方のピーク面積に対する保持時間の大きい方のピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 100 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 = 36.49 mg $\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 気密容器。

ラベタロール塩酸塩錠

Labetalol Hydrochloride Tablets

塩酸ラベタロール錠

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0% に対応するラベタロール塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$; 364.87) を含む。

製法 本品は「ラベタロール塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラベタロール塩酸塩」5 mg に対応する量を取り、0.05 mol/L 硫酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、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 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラベタロール塩酸塩」0.25 g に対応する量を取り、メタノール 25 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に塩酸ラベタロール 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 5 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。次に酢酸エチル/2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (25:15:8:2) 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、0.5 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び水 30 mL を加え、30 分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 4 mL を正確に量り、1 mL 中にラベタロール塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) 約 40 μg を含む液となるように 0.05 mol/L 硫酸試液を加え、正確に V mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ラベタロールを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 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 302 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ラベタロール塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V / 40)$

W_S : 定量用塩酸ラベタロールの秤取量 (mg)

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、試験開始後、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、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 中にラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 約 50 μ 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。別に定量用塩酸ラベタロールを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、水に溶かし、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 100 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 302 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

W_S : 定量用塩酸ラベタロールの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 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。ラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 約 1 g に対応する量を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸試液 100 mL 及び水 600 mL を加え、30 分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正確に 1000 mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ラベタロールを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 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 302 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ラベタロール塩酸塩 ($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S) \times 25$

W_S : 定量用塩酸ラベタロールの秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

リボフラビンリン酸エステルナトリウム注射液

エンドキシン (4.01) 10 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 硫酸マグネシウム注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

硫酸マグネシウム注射液

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 リンゲル液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

リンゲル液

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 無水リン酸水素カルシウムの条基原の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項、強熱残分の項、定量法の項及び貯法の項を次のように改める。

無水リン酸水素カルシウム

CaHPO₄ : 136.06

[7757-93-9]

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各条である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

本品は定量するとき、リン酸水素カルシウム (CaHPO₄) 98.0 ~ 103.0%を含む。

◆性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粒である。

本品は水又はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。◆

確認試験

(1)本品 0.1 g に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、加温して溶かし、アンモニア試液 2.5 mL を振り混ぜながら滴加し、シュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2)本品 0.1 g を希硝酸 5 mL に溶かし、70℃で 1 ~ 2 分間加温し、セモリブデン酸六アンモニウム試液 2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 酸不溶物 本品 5.0 g に水 40 mL 及び塩酸 10 mL を加え、5 分間穏やかに煮沸し、冷後、不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取する。洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに 600±50℃で強熱して灰化するとき、その量は 10 mg 以下である (0.2%以下)。

(2) 塩化物〈1.03〉 本品 0.20 g に水 20 mL 及び希硝酸 13 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。この液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.248%以下)。

(3) 硫酸塩〈1.14〉 本品 0.5 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液を検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.48%以下)。

(4) 炭酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 5 mL を加えて振り混ぜ、直ちに塩酸 2 mL を加えるとき、液は泡立たない。

◆(5) 重金属〈1.07〉 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生

じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし、pH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10 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。比較液は鉛標準液2.0 mLにpH3.5の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液10 mL及び水を加えて50 mLとする(31 ppm以下)。◆

(6) バリウム 本品0.5 gに水10 mLを加えて煮沸し、かき混ぜながら塩酸1 mLを滴加して溶かし、冷後、必要ならぼろ過し、硫酸カリウム試液2 mLを加え、10分間放置するとき、液は混濁しない。

◆(7) ヒ素 (1.11) 本品1.0 gを希塩酸5 mLに溶かし、これを検液とし、試験を行う(2 ppm以下)。◆

強熱減量 (2.43) 6.6 ~ 8.5% (1 g, 800 ~ 825°C, 恒量)。

定量法 本品約0.4 gを精密に量り、希塩酸12 mLに溶かし、水を加えて正確に200 mLとする。この液20 mLを正確に量り、これに0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mLを正確に加え、水50 mL及びpH10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5 mLを加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.02 mol/L硫酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬:エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬25 mg)。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液1 mL = 2.721 mg CaHPO₄

◆**貯法** 容器 密閉容器。◆

医薬品各条の部 リン酸水素カルシウム水和物の条基原の項、性状の項、確認試験の項、純度試験の項、強熱残分の項、定量法の項及び貯法の項を次のように改める。

リン酸水素カルシウム水和物

CaHPO₄ · 2H₂O : 172.09

[7789-77-7]

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各条である。

なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆ ◆」で囲むことにより示す。

本品は定量するとき、リン酸水素カルシウム水和物(CaHPO₄ · 2H₂O) 98.0 ~ 105.0%を含む。

◆**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。◆

確認試験

(1) 本品0.1 gに2 mol/L塩酸試液10 mLを加え、加温して溶かし、アンモニア試液2.5 mLを振り混ぜながら滴加し、シュウ酸アンモニウム試液5 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品0.1 gを希硝酸5 mLに溶かし、70°Cで1 ~ 2分間加温し、セモリブデン酸六アンモニウム試液2 mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 酸不溶物 本品5.0 gに水40 mL及び塩酸10 mLを加え、5分間穏やかに煮沸し、冷後、不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取する。洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに600±50°Cで強熱して灰化するとき、その量は10 mg以下である(0.2%以下)。

(2) 塩化物 (1.03) 本品0.20 gに水20 mL及び希硝酸13 mLを加えて溶かし、水を加えて100 mLとし、必要ならぼろ過する。この液50 mLを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L塩酸0.70 mLを加える(0.248%以下)。

(3) 硫酸塩 (1.14) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、必要ならばろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液を検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.48%以下)。

(4) 炭酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 5 mL を加えて振り混ぜ、直ちに塩酸 2 mL を加えるとき、液は泡立たない。

◆(5) 重金属 (1.07) 本品 0.65 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の希塩酸を滴加して沈殿を溶かし、pH3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (31 ppm 以下)。◆

(6) バリウム 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて煮沸し、かき混ぜながら塩酸 1 mL を滴加して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、硫酸カリウム試液 2 mL を加え、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

◆(7) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、試験を行う (2 ppm 以下)。◆

強熱減量 (2.43) 24.5 ~ 26.5% (1 g, 800 ~ 825°C, 恒量)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、希塩酸 12 mL に溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、水 50 mL 及び pH10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.02 mol/L 硫酸亜鉛液で滴定 (2.50) する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 25 mg)。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 3.442 mg CaHPO₄ · 2H₂O

◆**貯法** 容器 密閉容器。◆

医薬品各条の部 レセルピン注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

レセルピン注射液

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 レバロルファン酒石酸塩注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

レバロルファン酒石酸塩注射液

エンドトキシン (4.01) 150 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 ロキシスロマイシンの条基原の項を次のように改める。

ロキシスロマイシン

本品は、エリスロマイシンの誘導体である。

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 970 ~ 1020 μg (力価) を含む。ただし、本品の力価は、ロキシスロマイシン ($\text{C}_{41}\text{H}_{76}\text{N}_2\text{O}_{15}$) としての量を質量 (力価) で示す。

医薬品各条の部 ロキタマイシンの条の次に次の一条を加える。

ロキタマイシン錠

Rokitamycin Tablets

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0% に対応するロキタマイシン ($\text{C}_{42}\text{H}_{69}\text{NO}_{15}$: 827.99) を含む。

製法 本品は「ロキタマイシン」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「ロキタマイシン」10 mg (力価) に対応する量を取り、メタノール 20 mL を加え、必要ならば遠心分離する。この液 1 mL にメタノールを加えて 25 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 230 ~ 233 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、水 50 mL を加え、崩壊させる。次にメタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液を必要ならば遠心分離し、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 5 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、1 mL 中に「ロキタマイシン」約 20 μg (力価) 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。別にロキタマイシン標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 10 mL に溶かした後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 232 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ロキタマイシン (C}_{42}\text{H}_{69}\text{NO}_{15}) \text{ の量 [mg(力価)]} = W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / 10)$$

W_S : ロキタマイシン標準品の秤取量 [mg(力価)]

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 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 0.5 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「ロキタマイシン」約 22 μg (力価) 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。別にロキタマイシン標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 10 mL に溶かした後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 232 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ロキタマイシン (C}_{42}\text{H}_{69}\text{NO}_{15}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} = W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$$

W_s : ロキタマイシン標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1錠中のロキタマイシン ($C_{42}H_{69}NO_{15}$) の表示量 [mg(力価)]

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法(4.02)の円筒平板法により試験を行う。

(i)試験菌、培地及び標準溶液は「ロキタマイシン」の定量法を準用する。

(ii)試料溶液 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。「ロキタマイシン」約 40 mg (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて激しく振り混ぜた後、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、必要ならば遠心分離する。この液適量を正確に量り、ポリソルベート 80 0.1 g に pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1000 mL とした液を加えて 1 mL 中に $2 \mu\text{g}$ (力価) 及び $0.5 \mu\text{g}$ (力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

医薬品各条の部 イレイセンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

イレイセン

純度試験 ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ウコンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ウコン

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

医薬品各条の部 ウコンの条の次に次の一条を加える。

ウコン末

Powdered Turmeric

CURCUMAE RHIZOMA PULVERATUM

鬱金末

本品は「ウコン」を粉末としたものである。

生薬の性状 本品は黄褐色～暗黄褐色を呈し、特異なおいがあり、味は苦く刺激性があり、だ液を黄色に染める。

本品を鏡検 (5.01) するとき、全体が黄色を呈し、主としてのり化したでんぷん塊や黄色物質を含む柔細胞を認め、更に階紋道管の破片を認める。コルク組織、表皮細胞、厚壁化した木部柔細胞の破片及び非腺毛を認めることがある。

確認試験 本品 0.5 g にメタノール 20 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ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 5 μ 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。次に酢酸エチル/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (70 : 30 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄色のスポットを認める。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 (5.01) 17.0%以下 (6 時間)。

灰分 (5.01) 7.5%以下。

酸不溶性灰分 (5.01) 1.0%以下。

エキス含量 (5.01) 希エタノールエキス 9.0%以上。

医薬品各条の部 ウヤクの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ウヤク

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。

医薬品各条の部 ウワウルシ流エキスの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

ウワウルシ流エキス

純度試験 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、流エキス剤（4）により検液を調製し、試験を行う（30 ppm 以下）。

医薬品各条の部 エンゴサクの条確認試験の項を次のように改める。

エンゴサク

確認試験 本品の粉末 2g にメタノール 10mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ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/酢酸アンモニウム溶液（3→10）/酢酸（100）混液（20：1：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 365nm）を照射するとき、 R_f 値 0.4 付近に黄緑色の蛍光を発するスポット、 R_f 値 0.35 付近に黄色の蛍光を発するスポットを認める。また、噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値 0.6 付近に褐色のスポットを認める。

同条確認試験の項の次に次の一項を加える。

純度試験

- (1) 重金属〈1.07〉 本品の粉末 3.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（10 ppm 以下）。
- (2) ヒ素〈1.11〉 本品の粉末 0.4 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う（5 ppm 以下）。

医薬品各条の部 エンゴサクの条の次に次の一条を加える。

エンゴサク末

Powdered Corydalis Tuber

CORYDALIS TUBER PULVERATUM

延胡索末

本品は「エンゴサク」を粉末としたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、デヒドロコリダリン（デヒドロコリダリン硝酸塩として）0.08%以上を含む。

生薬の性状 本品は緑黄色～灰黄色を呈し、ほとんどにおいがなく、味は苦い。

本品を鏡検（5.01）するとき、主としてのり化したでんぷん塊又はでんぷん粒を含む淡黄色～無色の柔細胞を認め、更にコルク組織の破片、淡黄色の石細胞、厚壁細胞、網紋、らせん紋及び環紋道管の破片を認める。でんぷん粒は、単粒又は2～3個以上よりなる複粒である。

確認試験 本品2gにメタノール10mLを加え、15分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ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/酢酸アンモニウム溶液（3→10）/酢酸（100）混液（20：1：1）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長365nm）を照射するとき、 R_f 値0.4付近に黄緑色の蛍光を発するスポット、 R_f 値0.35付近に黄色の蛍光を発するスポットを認める。また、噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、風乾後、亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値0.6付近に褐色のスポットを認める。

純度試験

（1）重金属（1.07） 本品3.0gをとり、第3法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液3.0mLを加える（10ppm以下）。

（2）ヒ素（1.11） 本品0.4gをとり、第4法により検液を調製し、試験を行う（5ppm以下）。

乾燥減量（5.01） 15.0%以下。

灰分（5.01） 3.0%以下。

成分含量測定法 本品約1gを精密に量り、メタノール/希塩酸混液（3：1）30mL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。残留物はメタノール/希塩酸混液（3：1）15mLを加え、同様に操作する。全ろ液を合わせ、メタノール/希塩酸混液（3：1）を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別に成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンをデシケーター（シリカゲル）で1時間以上乾燥し、その約10mgを精密に量り、メタノール/希塩酸混液（3：1）に溶かして正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 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、それぞれの液のデヒドロコリダリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

デヒドロコリダリン〔デヒドロコリダリン硝酸塩（ $C_{22}H_{24}N_2O_7$ ）として〕の量（mg）= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1/4)$

W_S ：成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリンの秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cm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：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物17.91gを水970mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に調整する。この液に過塩素酸ナトリウム14.05gを加えて溶かし、水を加えて正確に1000mLとする。この液にアセトニトリル450mL及びラウリル硫酸ナトリウム0.20gを加えて溶かす。

流量：デヒドロコリダリンの保持時間が約24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：成分含量測定用硝酸デヒドロコリダリン1mg及び塩化ベルベリン1mgを水/アセトニトリル混液（20：9）20mLに溶かす。この液5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベルベリン、デヒドロ

コリダリンの順に溶出し、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 5 μL につき、試験を6回繰り返すとき、デヒドロコリダリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

医薬品各条の部 オウゴンの条定量法の項を次のように改める。

オウゴン

定量法 本品の粉末約0.5 gを精密に量り、薄めたメタノール(7 → 10) 30 mLを加え、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、共栓遠心沈殿管に移し、遠心分離し、上澄液を分取する。還流抽出の容器は、薄めたメタノール(7 → 10) 30 mLで洗い、洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ、5分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更に薄めたメタノール(7 → 10) 30 mLを加え、5分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(7 → 10)を加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7 → 10)を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7 → 10)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 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、それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{バイカリン (C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T / A_S) \times 5$$

W_S ：脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：277 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：50°C付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1 → 146)/アセトニトリル混液(18 : 7)

流量：バイカリンの保持時間が約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：バイカリン標準品1 mg及びパラオキシ安息香酸メチル2 mgをメタノールに溶かして100 mLとする。この液10 μL につき、上記の条件で操作するとき、バイカリン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

医薬品各条の部 オウゴン末の条確認試験の項(2)の目及び定量法の項を次のように改める。

オウゴン末

確認試験

(2) 本品2 gにメタノール10 mLを加え、水浴上で3分間加温し、冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にバイカリン標準品1 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5 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1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:2:1)を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄(Ⅲ)・メタノール試液を均等に噴霧するとき、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、標準溶液から得た暗緑色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

定量法 本品約0.5 gを精密に量り、薄めたメタノール(7→10)30 mLを加え、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、共栓遠心沈殿管に移し、遠心分離し、上澄液を分取する。還流抽出の容器は、薄めたメタノール(7→10)30 mLで洗い、洗液は先の共栓遠心沈殿管に入れ、5分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は更に薄めたメタノール(7→10)30 mLを加え、5分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。全抽出液を合わせ、薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7→10)を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にバイカリン標準品(別途水分を測定しておく)約10 mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、薄めたメタノール(7→10)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 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、それぞれの液のバイカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{バイカリン (C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_{11}) \text{ の量 (mg)} = W_S \times (A_T/A_S) \times 5$$

W_S : 脱水物に換算したバイカリン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 277 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: 50°C 付近の一定温度

移動相: 薄めたリン酸(1→146)/アセトニトリル混液(18:7)

流量: バイカリンの保持時間が約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: バイカリン標準品1 mg及びパラオキシ安息香酸メチル2 mgをメタノールに溶かして100 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、バイカリン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は3以上である。

システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バイカリンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

医薬品各条の部 オウレンの条確認試験の項の次に次の一項を加える。

オウレン

純度試験 ヒ素(1.11) 本品の粉末0.4 gをとり第4法により検液を調製し、試験を行う(5 ppm以下)。

医薬品各条の部 オウレン末の条純度試験の項を次のように改める。

オウレン末

純度試験

(1) オウバク 本品を鏡検(5.01)するとき、結晶細胞列又は粘液塊を認めない。また、本品0.5 gに水2 mLを加えてかき混ぜるとき、液はゲル状を呈しない。