

けて水浴上で30分間加熱する。冷後、内容物をビーカーに移し、不溶物を沈殿させる。沈殿物をなるべくビーカーに残すようにして上澄液を定量分析用ろ紙(5種B)でろ過し、沈殿物とビーカーを熱湯10 mLで3回洗い、更にろ紙を熱湯15 mLで洗い、それぞれの洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて正確に100 mLとし、試料原液とする。この液2.5 mLを正確に量り、0.5 mol/L塩酸50 mL及び水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に0.5 mol/L塩酸50 mLに原子吸光度用鉄標準液2 mL、2.5 mL、3 mL及び4 mLを各々正確に加え、水を加えて各々正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉄の含量を求めるとき、0.25%以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

波長：248.3 nm

(5) アルミニウム 定量法の試料原液5 mLを正確に量り、塩化セシウム試液10 mL及び塩酸10 mLを加えた後、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に塩酸10 mL及び塩化セシウム試液10 mLをとり、原子吸光度用アルミニウム標準液5 mL、10 mL、15 mL及び20 mLを各々正確に加え、水を加えて各々正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてアルミニウムの含量を求めるとき、2.0%以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 亜酸化窒素

ランプ：アルミニウム中空陰極ランプ

波長：309.3 nm

(6) 鉛 (4)の試料原液を試料溶液とする。別に0.5 mol/L塩酸50 mLに鉛標準液5 mL、7.5 mL、10 mL及び12 mLを各々正確に加え、水を加えて各々正確に100 mLとし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて鉛の含量を求めるとき、10 ppm以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：217.0 nm

(7) カルシウム 定量法の試料原液2.5 mLを正確に量り、塩酸10 mL及び塩化ランタン試液10 mLを加え、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に塩酸10 mL及び塩化ランタン試液10 mLをとり、カルシウム標準液1 mL、2 mL、3 mL及び4 mLを各々正確に加え、水を加えて各々正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法(2.23)により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてカルシウムの含量を求めるとき、0.9%以下である。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 亜酸化窒素

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

(8) ヒ素 (1.11) 本品0.5 gに希硫酸5 mLを加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、ろ過し、初め希硫酸5 mL、次に水10 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発して5 mL

とする。これを検液とし、試験を行う（4 ppm 以下）。

**強熱減量** 〈2.43〉 7.0%以下（1g, 1050 ～ 1100°C, 恒量）。

**定量法** 本品約 0.5 g をポリテトラフルオロエチレン製の皿に精密に量り、塩酸 5 mL、硝酸 5 mL 及び過塩素酸 5 mL を加えた後、穏やかにかき混ぜながらフッ化水素酸 35 mL を加え、ホットプレート上でゆっくり加熱し、蒸発乾固する。残留物に塩酸 5 mL を加え、時計皿をかぶせ、沸騰するまで加熱する。冷後、水で時計皿及びポリテトラフルオロエチレン製の皿を洗いながらメスフラスコに移し、更にポリテトラフルオロエチレン製の皿を水で洗い、洗液を合わせ、水で正確に 50 mL とし、試料原液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、塩酸 10 mL 及び塩化ランタン試液 10 mL を加えた後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸 10 mL 及び塩化ランタン試液 10 mL をとり、原子吸光光度用マグネシウム標準液 2.5 mL, 3 mL, 4 mL 及び 5 mL を各々正確に加え、水を加えて各々正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法 〈2.23〉 により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いてマグネシウムの含量を求める。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：マグネシウム中空陰極ランプ

波長：285.2 nm

**貯法** 容器 密閉容器。

医薬品各条の部 炭酸水素ナトリウム注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

### 炭酸水素ナトリウム注射液

**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 チアミン塩化物塩酸塩注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

### チアミン塩化物塩酸塩注射液

**エンドキシン** 〈4.01〉 6.0 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 注射用チオペンタールナトリウムの条乾燥減量の項の次に次の四項を加える。

## 注射用チオペンタールナトリウム

エンドトキシン〈4.01〉 0.30 EU/mg 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。

医薬品各条の部 チオ硫酸ナトリウム注射液の条発熱性物質の項を削り、確認試験の項の次に次の一項を加える。

## チオ硫酸ナトリウム注射液

エンドトキシン〈4.01〉 0.01 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 チペピジンヒベンズ酸塩錠の条確認試験の項の次に次の一項を加える。

## チペピジンヒベンズ酸塩錠

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、チペピジンヒベンズ酸塩 ( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ) 11 mg 当たり薄めた酢酸 (100) (1 → 2) 5 mL 及びメタノール 15 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間加温する。冷後、1 mL 中にチペピジンヒベンズ酸塩 ( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ) 約 0.44 mg を含む液となるように薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に  $V$  mL とし、ろ過する。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 5 mL を正確に加えた後、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{チペピジンヒベンズ酸塩 } (C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4) \text{ の量 (mg)} = W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 50)$$

$W_s$  : 定量用ヒベンズ酸チペピジンの秤取量 (mg)

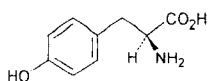
内標準溶液 塩酸ジブカインのメタノール溶液 (1 → 2000)

医薬品各条の部 チモロールマレイン酸塩の条の次に次の一条を加える。

## L-チロジン

L-Tyrosine

L-チロシン



$C_9H_{11}NO_3$  : 181.19

(2S)-2-Amino-3-(4-hydroxyphenyl)propanoic acid

[60-18-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-チロジン ( $C_9H_{11}NO_3$ ) 99.0 ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色の結晶又は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) にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又はアンモニア試液に溶ける。

### 確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 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。

**旋光度** (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : -10.5 ~ -12.5° (乾燥後, 2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm) .

### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 (1.03) 本品 0.5 g を希硝酸 12 mL 及び水 20 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021%以下)。

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

(4) アンモニウム (1.02) 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02%以下)。

(5) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) 鉄 (1.10) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたアンモニア水 (28) (1 → 2) 10 mL に溶かし、水を加えて 20 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 10 mL とし、この液 1 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。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 1-プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (67 : 33) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80°C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのメタノール/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 溶液 (1 → 100) を均等に噴霧した後、80°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

**乾燥減量** 〈2.41〉 0.3%以下 (1 g, 105°C, 3 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 0.18 g を精密に量り, ギ酸 6 mL に溶かし, 酢酸 (100) 50 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 = 18.12 mgC<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>

**貯法** 容器 気密容器.

医薬品各条の部 ツボクラリン塩化物塩酸塩水和物の条及びツボクラリン塩化物塩酸塩注射液の条を削る.

医薬品各条の部 デキストラン 40 の条発熱性物質の項を削り, 強熱残分の項の次に次の一項を加える.

## デキストラン 40

**エンドトキシン** 〈4.01〉 2.5 EU/g 未満.

医薬品各条の部 デスラノシド注射液の条確認試験の項の次に次の一項を加える.

## デスラノシド注射液

**エンドトキシン** 〈4.01〉 500 EU/mg 未満.

同条採取容量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 注射用テセロイキン (遺伝子組換え) の条乾燥減量の項を次のように改める.

## 注射用テセロイキン (遺伝子組換え)

**乾燥減量** 生物学的製剤基準 一般試験法 含湿度測定法により試験を行うとき, 含湿度は 5% 以下である. ただし, 相対湿度 10% 以下の空気中で検体をはかりびんに入れる.

医薬品各条の部 デヒドロコール酸注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える.

## デヒドロコール酸注射液

**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 デフェロキサミンメシル酸塩の条確認試験の項 (2) の目を次のように改める。

## デフェロキサミンメシル酸塩

### 確認試験

(2)本品 50 mg はメシル酸塩の定性反応 (1) (1.09) を呈する。

医薬品各条の部 テレピン油の条の次に次の一条を加える。

## デンプングリコール酸ナトリウム

Sodium Starch Glycolate

カルボキシメチルスターチナトリウム

[9063-38-1]

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。

本品はデンプンのカルボキシメチルエーテル又はその架橋物のナトリウム塩である。

本品には A 及び B の中和度タイプがあり、エタノール (99.5) /水混液 (8 : 2) 不溶物を乾燥したものはそれぞれ定量するとき、ナトリウム (Na : 22.99) 2.8 ~ 4.2 %及び 2.0 ~ 3.4 %を含む。

◆本品はその中和度タイプを表示する。◆

◆性状 本品は白色の粉末で、特異な塩味がある。

本品はエタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は水を加えるとき、膨潤し、粘稠性のあるのり状の液となる。

本品は吸湿性である。◆

### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 mL に希塩酸を加えて酸性とし、ヨウ素試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は青色～紫色を呈する。

◆(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) 純度試験 (2) の試料溶液はナトリウム塩の定性反応 (2) (1.09) を呈する。ただし、試料溶液 2 mL 及びヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液 4 mL を用いる。

pH (2.54) 本品 1 g に水 30 mL を加え、振り混ぜて得た懸濁液の pH はタイプ A 5.5 ~ 7.5 及びタイプ B 3.0 ~ 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) 鉄

(i) 試料溶液 本品 2.5 g をシリカ製又は白金製のろつぼに正確に量り、5 mol/L 硫酸試液 2 mL を加える。水浴上で加熱した後、注意してパーナーで強熱した後、できれば電気炉に入れ、600±25°C で強熱し、残留物を完全に灰化する。放冷後、1 mol/L 硫酸試液数滴を加え、再び同様に加熱及び強熱する。放冷後、炭酸アンモニウム試

液数滴を加え、水浴上で蒸発乾固した後、更に同様に強熱する。冷後、残留物に水 50 mL を加えて溶かす。

(ii) 標準溶液 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物 863.4 mg を正確に量り、水に溶かし、1 mol/L 硫酸試液 25 mL を加え、更に水を加えて正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確にとり、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 100 mL とする。この液 1 mL は鉄 (Fe) 1.0 μg を含む。

(iii) 操作法 試料溶液及び標準溶液につき、その 10 mL ずつを正確に量り、それぞれにクエン酸溶液 (1 → 5) 2 mL 及びチオグリコール酸 0.1 mL を加える。次にアンモニア水 (28) を滴加し、赤色リトマス紙を用いて液をアルカリ性とした後、水を加えて 20 mL とする。5 分間放置後、白色の背景を用いてこれらの液の色を比較するとき、試料溶液の呈する色は、標準溶液の呈する色より濃くない (20 ppm 以下)。

(3) グリコール酸ナトリウム 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

(i) 試料溶液 本品 0.200 g をビーカーに正確に量り、6 mol/L 酢酸試液 4 mL 及び水 5 mL を加え、かき混ぜて溶かす。アセトン 50 mL 及び塩化ナトリウム 1 g を加え、かき混ぜた後、アセトンに浸したろ紙を用いてろ過し、ビーカーとろ紙をアセトンで洗い、ろ液と洗液を合わせ、更にアセトンを加えて正確に 100 mL とする。24 時間静置し、上澄液を試料溶液とする。

(ii) 標準溶液 グリコール酸をデシケーター (シリカゲル) で 18 時間乾燥し、その 0.310 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、6 mol/L 酢酸試液 4 mL を加え、30 分間放置する。アセトン 50 mL 及び塩化ナトリウム 1 g を加え、(i) と同様に操作し、上澄液を標準溶液とする。

(iii) 操作法 試料溶液及び標準溶液 2.0 mL ずつを 25 mL 栓付試験管に正確に量り、水浴上で 20 分間加熱し、アセトンを留去する。冷後、残留物に 2,7-ジヒドロキシナフタレン試液 20.0 mL を加え、栓をして溶かした後、水浴上で 20 分間加熱する。流水中で冷却し、全量を 25 mL メスフラスコに移す。メスフラスコを流水中で冷却しながら、硫酸を加えて 25 mL とする。これらの液につき、10 分以内に水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 540 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (2.0% 以下)。

(4) 塩化ナトリウム 本品約 0.5 g をビーカーに精密に量り、水 100 mL に分散させた後、硝酸 1 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。塩化ナトリウム (NaCl : 58.44) の量は 7.0% 以下である。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

**乾燥減量 (2.41)** 10.0% 以下 (1 g, 130°C, 90 分)。

**定量法** 本品約 1 g にエタノール (99.5) / 水混液 (8 : 2) 20 mL を加え、10 分間かき混ぜ、ろ過する。この操作を繰り返し、ろ液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなったとき、ろ紙上の残留物を 105 °C で恒量になるまで乾燥する。残留物約 0.7 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 2 時間加熱する。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。

ナトリウム (Na) の含量 (%) =  $(V \times 2.299 \times 100) / W$

V : 0.1 mol/L 過塩素酸の消費量 (mL)

W : 乾燥残留物の量 (mg)

◆ **貯法** 容器 気密容器。 ◆

医薬品各条の部 ドキソルビシン塩酸塩の条の次に次の一条を加える。

## 注射用ドキソルビシン塩酸塩

Doxorubicin Hydrochloride for Injection

注射用塩酸ドキソルビシン

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 90.0 ~ 110.0% に対応するドキシソルピシン塩酸塩 ( $C_{27}H_{29}NO_{11} \cdot HCl$ : 579.98) を含む。

**製法** 本品は「ドキシソルピシン塩酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

**性状** 本品は赤だいたい色の粉末又は塊である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「ドキシソルピシン塩酸塩」10 mg (力価) に対応する量を取り、メタノールに溶かし、100 mL とする。この液 5 mL にメタノールを加えて 50 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 231 ~ 235 nm, 250 ~ 254 nm, 477 ~ 481 nm 及び 493 ~ 497 nm に吸収の極大を示し、528 ~ 538 nm に吸収の肩を示す。

**pH (2.54)** 本品の表示量に従い「ドキシソルピシン塩酸塩」10 mg (力価) に対応する量を取り、水 2 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

**純度試験 溶状** 本品の表示量に従い「ドキシソルピシン塩酸塩」50 mg (力価) に対応する量を取り、水 10 mL に溶かすとき、液は赤色澄明である。

**水分 (2.48)** 4.0% 以下 (0.25 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

**エンドトキシン (4.01)** 2.50 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** 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「ドキシソルピシン塩酸塩」約 10 mg (力価) に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にドキシソルピシン塩酸塩標準品約 10 mg (力価) に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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ドキシソルピシンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{ドキシソルピシン塩酸塩 (C}_{27}\text{H}_{29}\text{NO}_{11}\cdot\text{HCl) の量 [mg (力価)]} = W_S \times (Q_T / Q_S)$$

$W_S$  : ドキシソルピシン塩酸塩標準品の秤取量 [mg (力価)]

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液 (1 → 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：25°C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 3 g を薄めたリン酸 (7 → 5000) 1000 mL に溶かす。この液にアセトニトリル 1000 mL を加える。

流量：ドキシソルピシンの保持時間が約 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 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ドキシソルピシン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 以上であり、ドキシソルピシンのピークのシンメトリー係数は、0.8 ~ 1.2 である。  
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、内標準物質のピーク面積に対するドキシソルピ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 密封容器。

医薬品各条の部 ドパミン塩酸塩注射液の条採取容量の項の次に次の三項を加える。

### ドパミン塩酸塩注射液

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 トブラマイシンの条の次に次の一条を加える。

### トブラマイシン注射液

Tobramycin 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 ~ 110.0% に対応するトブラマイシン ( $\text{C}_{18}\text{H}_{37}\text{N}_5\text{O}_9$ ; 467.51) を含む。

製 法 本品は「トブラマイシン」をとり、注射剤の製法により製する。

性 状 本品は無色〜ごくうすい黄色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「トブラマイシン」10 mg (力価) に対応する容量をとり、水を加えて 1 mL とし、試料溶液とする。別にトブラマイシン標準品 10 mg (力価) に対応する量を水 1 mL に溶かし、標準溶液とする。以下「トブラマイシン」の確認試験 (2) を準用する。

浸透圧比 別に規定する。

pH (2.54) 5.0 ~ 7.0

エンドトキシン (4.01) 0.50EU/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 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、「トブラマイシン」の定量法を準用する。

(ii) 試料溶液 本品 5 mL を正確に量り、1 mL 中に「トブラマイシン」1 mg (力価) を含む液となるように pH 8.0

の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加える。この液適量を正確に量り、pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に8 µg（力価）及び2 µg（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 密封容器。

医薬品各条の部 トリメタジジン塩酸塩の条純度試験の項を次のように改める。

## トリメタジジン塩酸塩

### 純度試験

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

(2)類縁物質 本品0.2 gを水50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとする。この液2 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、試料溶液のトリメタジジン以外のピーク的面積は、標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の1.5倍より大きくない。また、試料溶液のトリメタジジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の2.5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：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 °C付近の一定温度

移動相A：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.87 gを水に溶かし1000 mLとした液に、薄めたリン酸(1 → 10)を加えてpH 3.0に調整した液/メタノール混液 (3 : 2)

移動相B：メタノール

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<br>(分) | 移動相 A<br>(vol%) | 移動相 B<br>(vol%) |
|---------------|-----------------|-----------------|
| 0 ~ 50        | 95 → 75         | 5 → 25          |

流量：トリメタジジンの保持時間が約25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トリメタジジンの保持時間の約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、水を加えて正確に20 mLとする。この液10 µLから得たトリメタジジンのピーク面積が、標準溶液のトリメタジジンのピーク面積の18 ~ 32%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、トリメタジ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15000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、トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。