

プロカインアミド塩酸塩注射液

基原の項を次のように改める。

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応するプロカインアミド塩酸塩 ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$: 271.79) を含む。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」10 mg に対応する容量をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 5 mL とした液は芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」10 mg に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277～281 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

確認試験の項の次に次を追加する。

エンドトキシン (4.01) 0.30 EU/mg 未満。

採取容量の項の次に次を追加する。

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。

プロクロルペラジンマレイン酸塩錠

確認試験の項の次に次を追加する。

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。

本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1) 3V/5 mLを加えて崩壊するまで超音波処理した後、10分間激しく振り混ぜる。次に、内標準溶液 V/20 mLを正確に加え、1 mL中にプロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)約80μgを含む液となるように、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)を加えてV mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)の量(mg) = $W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 250)$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→1000)

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75%以上である。

本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 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中にプロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)約9 μg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。別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約18 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長255 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)の表示量に対する溶出率(%)
= $W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のプロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)の表示量(mg)

定量法の項を次のように改める。

定量法 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、めこの製乳鉢を用いて粉末とする。プロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)約8 mgに対応する量を精密に量り、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜる。次に、内標準溶液5 mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)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。別にプロクロルペラジンマレイン酸塩標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約20 mgを精密に量り、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)に溶かし、正確に25 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)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5 μL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プロクロルペラジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロクロルペラジンマレイン酸塩(C₂₀H₂₄ClN₃S·2C₄H₄O₄)の量(mg) = $W_s \times (Q_T / Q_S) \times (2 / 5)$

W_s : プロクロルペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの薄めたリン酸(1→500)/エタノール(99.5)混液(1:1)溶液(1→1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 257 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: 25°C付近の一定温度

移動相: 薄めた0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1→2)/アセトニトリル混液(11:9)

流量: プロクロルペラジンの保持時間が約5分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロクロルペラジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 10 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、内標準物質のピーク面積に対するプロクロルペラジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

プロゲステロン

性状の項を次のように改める。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロゲステロン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プロゲステロン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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール (95) に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度の項を次のように改める

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20} : +184 \sim +194^\circ$ (乾燥後, 0.2 g, エタノール (99.5), 10 mL, 100 mm) .

融点の項を次のように改める

融点 (2.60) 128 ~ 133°C又は 120 ~ 122°C

純度試験の項を次のように改める

純度試験 類縁物質 本品 80 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。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチルエーテル/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

定量法の項を次のように改める

定量法 本品及びプロゲステロン標準品を乾燥し、その約 10 mg ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) に溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (99.5) を加えて正確に 50 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 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T / A_S)$

W_S : プロゲステロン標準品の秤取量 (mg)

プロゲステロン注射液

基原の項を次のように改める。

本品は油性の注射液である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0% に対応するプロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$: 314.46) を含む。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験 本品 1 mL を量り、薄めたエタノール (9 → 10) 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、エタノール層を分取し、石油ベンジン 1 mL を加えて振り混ぜた後、エタノール層を試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品約 5 mg を量り、エタノール (99.5) 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 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。次にジエチルエーテル/ジエチルアミン混液 (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。これに硫酸を均等に噴霧した後、105°C で 10 分間加熱するとき、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。

採取容量の項の次に次を追加する。

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) 直接法により試験を行うとき、適合する。

定量法の項を次のように改める。

定量法 本品につき、あらかじめ比重を測定する。約 1 mL に対応する質量を精密に量り、テトラヒドロフラン 2 mL を加えて混和した後、1 mL 中にプロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) 約 0.5 mg を含む液となるようにエタノール (99.5) を加えて正確に V mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、テトラヒドロフラン 2 mL に溶かし、エタノール (99.5) を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、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プロゲステロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロゲステロン ($C_{21}H_{30}O_2$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T/Q_S) \times (V/20)$

W_S : プロゲステロン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 4000)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 241 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 35°C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

流量 : プロゲステロンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能 : 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロゲステロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 9 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するプロゲステロンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

プロタミン硫酸塩注射液

基原の項以下を次のように改める。

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の92.0～108.0%に対応する「プロタミン硫酸塩」を含む。また、表示量1mg当たりヘパリン100単位以上に結合する。

製法 本品は「プロタミン硫酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色の液で、においはないか、又は保存剤によるにおいがある。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」1mgに対応する容量をとり、水を加えて2mLとし、以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品の表示量に従い「プロタミン硫酸塩」5mgに対応する容量をとり、水を加えて1mLとし、以下「プロタミン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する。

pH (2.54) 5.0～7.0

エンドトキシン (4.01) 6.0 EU/mg 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

(1) たん白質量 本品の「プロタミン硫酸塩」約10mgに対応する容量を正確に量り、ケルダールフラスコに入れ、水浴上で空気を通じて蒸発乾固し、窒素定量法(1.08)により試験を行い、窒素(N:14.01)0.24mgをたん白質量1mgに換算してたん白質量を求める。

(2) ヘパリン結合性 「プロタミン硫酸塩」のヘパリン結合性を準用して試験を行い、たん白質量で除してたん白質1mg当たりのヘパリン結合量を求める。ただし、(i) 試料溶液(a)は次のとおりとする。

(i) 試料溶液(a) 本品の「プロタミン硫酸塩」15.0mgに対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に100mLとする操作を3回繰り返す、それぞれ試料溶液(a₁), (a₂)及び(a₃)とする。

貯法 容器 密封容器。

プロピルチオウラシル錠

確認試験の項の次に次を追加する。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品1個をとり、溶出試験第2液3V/4 mLを加え、錠剤が完全に崩壊するまで超音波処理した後、1 mL中にプロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 約0.25 mgを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV mLとする。この液を孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液5 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T/A_S) \times (V/200)$

W_s : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

溶出性及び定量法の項を次のように改める。

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75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0.8 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5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウラシルを105°Cで2時間乾燥し、その約50 mgを精密に量り、試験液に溶かして正確に1000 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) の表示量に対する溶出率 (%) = $W_s \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$

W_s : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

C : 1錠中のプロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 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。プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 約50 mgに対応する量を精密に量り、溶出試験第2液150 mLを加え、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、溶出試験第2液を加えて正確に200 mLとする。この液を孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液5 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウラシルを105°Cで2時間乾燥し、その約50 mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かして正確に200 mLとする。この液2 mLを正確に量り、溶出試験第2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274 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) の量 (mg) = $W_s \times (A_T/A_S)$

W_s : 定量用プロピルチオウラシルの秤取量 (mg)

フロプロピオン

基原の項を次のように改める。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フロプロピオン ($C_9H_{10}O_4$) 98.0 ~ 101.0%を含む。

性状の項を次のように改める。

性状 本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、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。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 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。

純度試験の項を次のように改める。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 50 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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフロプロピオン以外のピーク面積は、標準溶液のフロプロピオンのピーク面積の 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：267 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35°C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/リン酸混液 (114 : 86 : 1)

流量：フロプロピオンの保持時間が約 3 分になるように調整する。

面積測定範囲：フロプロピオンの保持時間の約 7 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 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 20 μ L から得たフロプロピオンのピーク面積が、標準溶液のフロプロピオンのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル 25 mg をアセトニトリル 30 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。この液 2.5 mL に試料溶液 2 mL を加え、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μ L につき、上記条件で操作するとき、フロプロピオン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フロプロピオンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

プロベネシド錠

確認試験の項の次に次を追加する。

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30 mL及び1 mol/L 塩酸試液2 mLを加え、時々振り混ぜながら超音波処理を行い、錠剤を完全に崩壊させた後、エタノール(99.5)を加えて正確に100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液3 mLを正確に量り、1 mol/L 塩酸試液1 mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて1 mL中にプロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)約15 μ gを含む液となるように正確にV mLとし、試料溶液とする。別にプロベネシド標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.125 gを精密に量り、水15 mL、1 mol/L 塩酸試液1 mL及びエタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に50 mLとする。この液3 mLを正確に量り、1 mol/L 塩酸試液1 mL及びエタノール(99.5)を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液1 mLにエタノール(99.5)を加えて正確に50 mLとした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長248 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロベネシド($C_{13}H_{19}NO_4S$)の量(mg) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (V/25)$

W_S : プロベネシド標準品の秤取量(mg)

ベタメタゾン錠

製剤均一性の項を次のように改める。

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、1 mL中にベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) 約50 μ gを含む液となるように水 V mLを加える。次に内標準溶液 $2V$ mLを正確に加え、10分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品をデシケーター (減圧、酸化リン (V)) で4時間乾燥し、その約20 mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に200 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準溶液20 mLを正確に加え、更に水5 mLを加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lにつき、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ベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) の量 (mg) = $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/400)$

W_s : ベタメタゾン標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (1 \rightarrow 40000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

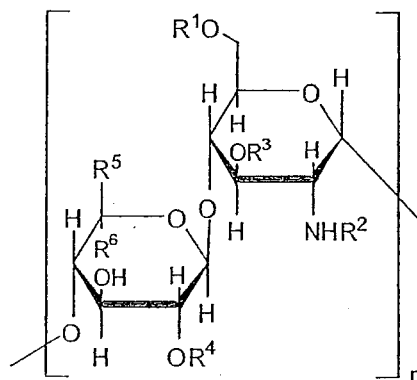
システム適合性

システムの性能: 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は10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、内標準物質のピーク面積に対するベタメタゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

ヘパリンナトリウム

次の構造式及び CAS 番号の項を追加する。



$R^1, R^3, R^4 = \text{SO}_3\text{Na}$ 又は H

$R^2 = \text{SO}_3\text{Na}$ 又は —C(=O)CH_3

$R^5 = \text{CO}_2\text{Na}, R^6 = \text{H}$
 又は
 $R^5 = \text{H}, R^6 = \text{CO}_2\text{Na}$

[9041-08-1]

基原の項を次のように改める。

本品は、健康な食用獣の肝、肺又は腸粘膜から得た D-グルコサミン及びウロン酸（L-イズロン酸又は D-グルクロン酸）の二糖単位からなる硫酸化グリコサミノグリカンのナトリウム塩である。本品は、血液の凝固を遅延する作用がある。肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上、腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含む。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、表示単位の 90 ～ 110% を含む。
 本品は原料に用いた器官名を表示する。

注射用ホスホマイシンナトリウム

確認試験の(2)の項を次のように改める。

確認試験

(2) 本品の水溶液 (1 → 250) 2 mL に過塩素酸 1 mL 及び 0.1 mol/L 過ヨウ素酸ナトリウム溶液 2 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、セモリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 1 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて 30 分間放置するとき、液は青色を呈する。

水分の項を次のように改める。

水分 (2.48) 4.0%以下 (0.1 g, 電量滴定法)。

注射用ミノサイクリン塩酸塩

定量法の項を次のように改める。

定量法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「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。

ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$) 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-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 25 mL 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 2.0 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 1.0% 以下である。

メチルセルロース

化学名の項を削除する。

メピバカイン塩酸塩注射液

基原の項以下を次のように改める。

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応するメピバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$: 282.81) を含む。

製法 本品は「メピバカイン塩酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い「メピバカイン塩酸塩」20 mg に対応する容量をとり、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後、ヘキサン 20 mL で抽出する。ヘキサン抽出液 8 mL をとり、1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて激しく振り混ぜた後、水層につき、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 261～265 nm 及び 270～273 nm に吸収の極大を示す。

pH 別に規定する。

エンドトキシン (4.01) 0.6EU/mg 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 本品のメピバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$) 約 40 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸メピバカインを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし、内標準溶液 4 mL を正確に加え、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、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メピバカインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メピバカイン塩酸塩 ($C_{15}H_{22}N_2O \cdot HCl$) の量 (mg) = $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S : 定量用塩酸メピバカインの秤取量 (mg)

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液 (1 → 4000)

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 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25°C 付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム 2.88 g を pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (11 : 9) 1000 mL に溶かす。

流量: メピバカインの保持時間が約 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 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メピバカイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するメピバカイ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。

モルヒネ塩酸塩錠

製剤均一性の項の次に次を追加する。

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 15 分間の溶出率は 85% 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 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、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸モルヒネ（別途「モルヒネ塩酸塩水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく）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 25 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、それぞれの液のモルヒネのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

モルヒネ塩酸塩水和物 ($\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 36 \times 1.168$$

W_S : 脱水物に換算した定量用塩酸モルヒネの秤取量 (mg)

C : 1 錠中のモルヒネ塩酸塩水和物 ($\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 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 25 μL につき、上記の条件で操作するとき、モルヒネのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 25 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モルヒネのピーク面積の相對標準偏差は 2.0% 以下である。

モルヒネ塩酸塩注射液

確認試験の項の次に次を追加する。

エンドトキシン (4.01) 1.5 EU/mg 未満。

採取容量の項の次に次を追加する。

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。

リドカイン注射液

確認試験の項の次に次を追加する。

エンドキシン (4.01) 1.0 EU/mg 未満。

発熱性物質の項を削除し次を追加する。

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。

硫酸亜鉛水和物

性状の項を次のように改める。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。
本品は水に極めて溶けやすく、エタノール（99.5）に極めて溶けにくい。
本品は乾燥空气中で風解する。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

- (1) 本品の水溶液（1 → 20）は亜鉛塩の定性反応（1.09）を呈する。
- (2) 本品の水溶液（1 → 20）は硫酸塩の定性反応（1.09）を呈する。

確認試験の項の次に次を追加する。

pH（2.54） 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.4 ～ 6.0 である。

純度試験(1)を次のように改める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

純度試験の項の次に次を追加する。

乾燥減量（2.41） 35.5 ～ 38.5%（1 g, 105℃, 3時間）。

ロキタマイシン錠

貯法の項の次に次の項を追加する。

有効期間 製造後 24 箇月。

ワルファリンカリウム錠

製剤均一性の項の次に次を追加する。

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、0.5 mg 錠、1 mg 錠及び 2 mg 錠の 15 分間の溶出率及び 5 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ 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 μm 以下のメンブレ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 中にワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) 約 0.56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にワルファリンカリウム標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、水に溶かし、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。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 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、それぞれの液のワルファリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/4)$$

W_s : ワルファリンカリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のワルファリンカリウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 283 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: 35°C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水/リン酸混液 (700:300:1)

流量: ワルファ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: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、ワルファ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 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ウコン

基原の項を次のように改める。

本品はウコン *Curcuma longa* Linné (Zingiberaceae) の根茎をそのまま又はコルク層を除いたものを、通例、湯通ししたものである。

本品は換算した生薬の乾燥物に対し、総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）1.0～5.0%を含む。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 本品の粉末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。

(2) 本品の粉末0.2 gにメタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて20分間振り混ぜ、遠心分離する。上澄液につき、成分含量測定法を準用して試験を行い、クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき、クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく、ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の0.69倍より大きい。

確認試験の項の次に次の項を追加する。

成分含量測定法 本品の粉末約0.2 gを精密に量り、メタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて20分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、メタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に成分含量測定用クルクミン約10 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10 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 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液のクルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積 A_{TC} 、 A_{TD} 及び A_{TB} 並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積 A_S を測定する。

総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）の量(mg)
$$= W_s \times \{(A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S\} \times (1/5)$$

W_s ：成分含量測定用クルクミンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 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：40℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(56:43:1)

流量：毎分1.0 mL（クルクミンの保持時間約11分）

システム適合性

システムの性能：成分含量測定用クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン1 mgずつをメタノールに溶かして5 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、ビスデメトキシクルクミン、デメトキシクルクミン、クルクミンの順に溶出し、それぞれの分離度は1.5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、クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

ウコン末

基原の項を次のように改める。

本品は「ウコン」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、総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）1.0～5.0%を含む。

確認試験の項を次のように改める。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品0.2 gにメタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて20分間振り混ぜ、遠心分離する。上澄液につき、成分含量測定法を準用して試験を行い、クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積を測定するとき、クルクミンのピーク面積はデメトキシクルクミンのピーク面積より大きく、ビスデメトキシクルクミンのピーク面積の0.69倍より大きい。

エキス含量の項の次に次の項を追加する。

成分含量測定法 本品約0.2 gを精密に量り、メタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて20分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。残留物は、メタノール/酢酸(100)混液(99:1)25 mLを加えて同様に操作する。全抽出液を合わせ、メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に成分含量測定用クルクミン約10 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10 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 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液のクルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミンのピーク面積 A_{TC} 、 A_{TD} 及び A_{TB} 並びに標準溶液のクルクミンのピーク面積 A_S を測定する。

総クルクミノイド（クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン）の量 (mg)
$$= W_S \times \{(A_{TC} + A_{TD} + A_{TB} \times 0.69) / A_S\} \times (1/5)$$

W_S : 成分含量測定用クルクミンの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 245 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填する。

カラム温度: 40°C付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液 (56:43:1)

流量: 毎分1.0 mL (クルクミンの保持時間約11分)

システム適合性

システムの性能: 成分含量測定用クルクミン、デメトキシクルクミン及びビスデメトキシクルクミン1 mgずつをメタノールに溶かして5 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、ビスデメトキシクルクミン、デメトキシクルクミン、クルクミンの順に溶出し、それぞれの分離度は1.5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、クルクミンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

オウギ

生薬の性状の項の次に次を追加する。

確認試験 本品の粉末1gを共栓遠心沈殿管に入れ、水酸化カリウム試液5mL及びアセトニトリル5mLを加え、密栓して10分間振り混ぜた後、遠心分離し、上層を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー用アストラガロシド1mgをメタノール2mL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 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/メタノール/水混液(20:5:4)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ Cで5分間加熱した後、紫外線(主波長365nm)を照射するとき、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、標準溶液から得た黄褐色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。

オウセイ

確認試験の項の次に次を追加する。

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 0.40 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)。

カッコウ

Pogostemon Herb

POGOSTEMONI HERBA

藿香 広藿香

本品は *Pogostemon cablin* Bentham (*Labiatae*) の地上部である。

生薬の性状 本品は茎及びこれに対生した葉からなる。葉はしわがよって縮み、水に浸してしわを伸ばすと、卵形～卵状長だ円形を呈し、長さ 2.5 ～ 10 cm、幅 2.5 ～ 7 cm、辺縁に鈍きよ歯があり、基部は広くさび形で葉柄を付ける。葉の上面は暗褐色、下面は灰褐色を呈し、両面に密に毛がある。茎は方柱形、中実で、表面は灰緑色を呈し、灰白色～黄白色の毛があり、髄は大きく、類白色で海綿状を呈する。ルーペ視するとき、毛、腺毛及び腺りんを認める。

本品は特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品の葉柄の横切片を鏡検 (5.01) するとき、向軸面中央は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部の維管束は 2 群に分かれる。葉身主脈部の横切片を鏡検 (5.01) するとき、主脈の向軸面は大きく突出し、その表皮の内側に厚角細胞が認められる。中央部には扇状に配列した維管束がある。茎の横切片を鏡検 (5.01) するとき、表皮の内側に数細胞層の厚角組織が認められる。ときに表皮下にコルク層が発達することがある。皮層の内側には並立維管束が環状に配列し、師部の外側に師部繊維群が認められる。皮層の柔細胞中に油滴が、髄の柔細胞中にシュウ酸カルシウムの針晶、単晶又は柱状晶が認められる。

確認試験 本品の粉末 0.5 g にメタノール 5 mL を加え、3 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。次にヘキサン/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧し、105°C で加熱するとき、 R_f 値 0.4 付近に赤色のスポットを認める。

乾燥減量 (5.01) 15.0 % 以下 (6 時間)。

灰分 (5.01) 13.0 % 以下。

酸不溶性灰分 (5.01) 3.0 % 以下。

精油含量 (5.01) 本品の粉末 50.0 g をとり、試験を行うとき、その量は 0.3 mL 以上である。ただし、あらかじめフラスコ内の試料上にシリコン樹脂 1 mL を加え、試験を行う。

葛根湯エキス

基原の項を次のように改める。

本品は定量するとき、製法の項に規定した分量で製したエキス当たり、総アルカロイド〔エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$: 165.23) 及びプソイドエフェドリン ($C_{10}H_{15}NO$: 165.23)〕9 ~ 27 mg (マオウ 3 g の処方), 12 ~ 36 mg (マオウ 4 g の処方), ペオニフロリン ($C_{23}H_{28}O_{11}$: 480.46) 14 ~ 56 mg (シヤクヤク 2 g の処方), 21 ~ 84 mg (シヤクヤク 3 g の処方) 及びグリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93) 19 ~ 57 mg を含む。

日本名の字体に関する注：日本名の先頭文字の字体は、便宜的に「葛」としてあるが、正しくは、第十五改正日本薬局方の用字のとおり、「葛」の字の” 句 ” の部分の” ヒ ” が” ‘ ﹂ ’ ” である字体である。官版版下製版時には、第十五改正日本薬局方を参照し、正しい文字を用いる必要がある。

カノコソウ

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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)。

カノコソウ末

純度試験の項を次のように改める。

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 0.40 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)。