

第一部医薬品各条の部 塩酸ピリドキシンの条基原の項及び確認試験の項を次のように改める。

塩酸ピリドキシンの注射液

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 % に対応する塩酸ピリドキシンの ($C_{10}H_{11}NO_3 \cdot HCl$: 205.64) を含む。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「塩酸ピリドキシンの」0.05 g に対応する容量をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。この液 2 mL に、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 288 ~ 292 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品の表示量に従い「塩酸ピリドキシンの」0.01 g に対応する容量をとり、水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ピリドキシンの標準品 0.01 g を水 10 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法により試験を行う。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用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。風乾後、アセトン/テトラヒドロフラン/ヘキサン/アンモニア水 (28) 混液 (65:13:13:9) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに炭酸ナトリウムの薄めたエタノール (99.5) (3 → 10) 溶液 (1 → 20) を均等に噴霧した後、風乾し、更に 2,6-ジブromo-N-クロロ-1,4-ベンゾキノロンモノイミンのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 1000) を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

同条確認試験の項の次に次のエンドトキシンの項を追加する。

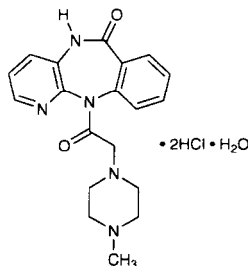
エンドトキシン 3.0 EU/mg 未満。

第一部医薬品各条の部 塩酸ピリドキシンの条の次に次の一条を加える。

塩酸ピレンゼピン水和物

Pirenzepine Hydrochloride Hydrate

ピレンゼピン塩酸塩水和物、塩酸ピレンゼピン



$C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 442.34

5,11-Dihydro-11-[(4-methylpiperazin-1-yl)acetyl]-6H-pyrido[2,3-b][1,4]benzodiazepin-6-one dihydrochloride monohydrate [29868-97-1, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ピレンゼピン ($C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$: 424.32) 98.5 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。

本品 1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.0 ~ 2.0 である。

融点: 約 245 °C (分解)。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 40000) につき、紫外可視吸光度測定法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を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 F 1.2 mL に薄めた塩酸 (1 → 40) 8.8 mL を加える。

(2) 重金属 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)。

(3) 類縁物質 本品 0.3 g を水 10 mL に溶かす。この液 1 mL を量り、メタノール 5 mL を加えた後、移動相 A を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノール 5 mL を加えた後、移動相 A 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 5 mL を加えた後、移動相 A 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 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、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、試料溶液のピレンゼピン以外のピーク的面積は、標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の $\frac{3}{10}$ より大きくない。また、試料溶液のピレンゼピン以外のピーク合計面積は、標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の $\frac{3}{5}$ より大きくない。

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 μ m の液体クロマトグラフ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 A：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし、酢酸（100）を加えて pH を 3.2 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

移動相 B：メタノール

移動相 C：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A、移動相 B 及び移動相 C の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)	移動相 C (%)
0 ~ 15	55 → 25	30	15 → 45
15 ~	25	30	45

流量：ピレンゼピンの保持時間が約 8 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ピレンゼピンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、メタノール 5 mL を加えた後、移動相 A を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たピレンゼピンのピーク面積が、標準溶液のピレンゼピンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：塩酸フェニルピペラジン 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし、この液 1 mL 及び試料溶液 1 mL を混和し、メタノール 5 mL を加えた後、移動相 A を加えて 10 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、ピレンゼピン、フェニルピペラジンの順に溶出し、その分離度は 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、ピレンゼピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 3.5 ~ 5.0 % (0.3 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（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 = 14.14 mg C₂₈H₃₁N₃O₆ · 2HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する。

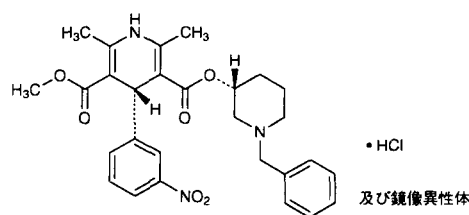
容器 密閉容器。

第一部医薬品各条の部 塩酸ベニジピン注射液の条の次に次の二条を加える。

塩酸ベニジピン

Benidipine Hydrochloride

ベニジピン塩酸塩



C₂₈H₃₁N₃O₆ · HCl : 542.02

3-[(3*RS*)-1-Benzylpiperidin-3-yl] 5-methyl (4*RS*)-1,4-dihydro-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)pyridine-3,5-dicarboxylate monohydrochloride [91599-74-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ベニジピン (C₂₈H₃₁N₃O₆ · HCl) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、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。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

融点：約 200 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法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) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法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長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 → 10) 5 mL にアンモニア試液 5 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 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 20 mg を水/メタノール混液 (1 : 1) 100 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 500 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法により

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、試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.35 のビスベンジルピペリジルエステル体、約 0.75 の酸化体及びその他の類縁物質のピーク面積は標準溶液のベニジピンのピーク面積の $\frac{1}{2}$ より大きくない。また、試料溶液のベニジピン以外のピーク合計面積は、標準溶液のベニジピンのピーク面積より大きくない。ただし、ビスベンジルピペリジルエステル体及び酸化体のピーク面積はそれぞれ感度係数 1.6 を乗じた値とする。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：237 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 10 cm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフ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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液（65：27：8）

流量：ベニジピンの保持時間が約 20 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ベニジピンの保持時間の約 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/メタノール混液（1：1）を加え、正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たベニジピンのピーク面積が、標準溶液のベニジピンのピーク面積の 18 ~ 32 % になることを確認する。

システムの性能：本品 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイン、ベニジピンの順に溶出し、その分離度は 8 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、ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 3.5 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g、105 $^{\circ}$ C、2 時間）。

強熱残分 0.1 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、ギ酸 10 mL に溶かし、無水酢酸 70 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（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 = 54.20 mg $C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

塩酸ベニジピン錠

Benidipine Hydrochloride Tablets

ベニジピン塩酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応する塩酸ベニジピン ($C_{28}H_{31}N_3O_6 \cdot HCl$: 542.02) を含む。

製法 本品は「塩酸ベニジピン」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「塩酸ベニジピン」10 mg 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、遠心分離する。上澄液 10 mL にメタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 350 ~ 360 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 酸化体 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めう製乳鉢を用いて粉末とする。表示量に従い「塩酸ベニジピン」20 mg に対応する量を取り、薄めたリン酸（1 \rightarrow 500）/メタノール混液（1：1）約 80 mL を加えてよく振り混ぜた後、薄めたリン酸（1 \rightarrow 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし、孔径 0.45 μ m のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用塩酸ベニジピン 20 mg をとり、薄めたリン酸（1 \rightarrow 500）/メタノール混液（1：1）に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたリン酸（1 \rightarrow 500）/メタノール混液（1：1）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 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液のベニジピンに対する相対保持時間約 0.75 の酸化体のピーク面積は、標準溶液のベニジピンのピーク面積の $\frac{1}{2}$ より大きくない。ただし、酸化体のピーク面積は感度係数 1.6 を乗じた値とする。

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、薄めたリン酸（1 \rightarrow 500）/メタノール混液（1：1）を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たベニジピンのピーク面積が標準溶液のベニジピンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：塩酸ベニジピン 6 mg 及びベンゾイン 5 mg を水/メタノール混液（1：1）200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾイン、ベニジピンの順に溶出し、その分離度は 8 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、ベニジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

含量均一性 定量法の方法で試験を行い、判定値を求めるとき、これに適合する。

溶出性 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法（ただし、シンカーを用いる）により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開

始し、2 mg 錠及び4 mg 錠は30分後、8 mg 錠は45分後に、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中に塩酸ベニジピン(C₂₈H₃₁N₃O₆・HCl)約2.2 μgを含む液となるように崩壊試験法の第1液を加えて正確にV' mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相5 mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸ベニジピンを105℃で2時間乾燥し、その約22 mgを精密に量り、移動相に溶かし、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50 mLとする。更にこの液5 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5 mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液5 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ベニジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき、2 mg 錠及び4 mg 錠の30分間の溶出率は80%以上、8 mg 錠の45分間の溶出率は85%以上である。

塩酸ベニジピン(C₂₈H₃₁N₃O₆・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s: 定量用塩酸ベニジピンの秤取量 (mg)

C: 1 錠中の塩酸ベニジピン(C₂₈H₃₁N₃O₆・HCl)の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 237 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℃ 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液 (11:9)

流量: ベニジピンの保持時間が約 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 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、ベニジピ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 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベニジピ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 1 個をとり、薄めたリン酸 (1 → 500)/メタノール混液 (1:1) 40 mL を加えて、崩壊するまで振り混ぜた後、薄めたリン酸 (1 → 500)/メタノール混液 (1:1) を加えて 1 mL 中に塩酸ベニジピン (C₂₈H₃₁N₃O₆・HCl) 40 μg を含む液になるように正確に V mL とし、遠心分離する。上澄液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、薄めたリン酸 (1 → 500)/メタノール混液 (1:1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩

酸ベニジピンを 105℃ で 2 時間乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、薄めたリン酸 (1 → 500)/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 100 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、薄めたリン酸 (1 → 500)/メタノール混液 (1:1) 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 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するベニジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。本品 10 個以上につき、上記の試験を繰り返し、それらの平均値を含量とする。

塩酸ベニジピン (C₂₈H₃₁N₃O₆・HCl) の量 (mg)

$$= W_s \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{V}{1000}$$

W_s: 定量用塩酸ベニジピンの秤取量 (mg)

内標準溶液 ベンゾインの水/メタノール混液 (1:1) 溶液 (13 → 200000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 237 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 μm の液体クロマトグラフ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℃ 付近の一定温度

移動相: pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (65:27:8)

流量: ベニジピンの保持時間が約 20 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ベニジピンの順に溶出し、その分離度は 8 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、内標準物質のピーク面積に対するベニジピ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 密閉容器。

第一部医薬品各条の部 dl-塩酸メチルエフェドリンの条基原の項、性状の項及び確認試験の項を次のように改める。

dl-塩酸メチルエフェドリン

本品を乾燥したものは定量するとき、dl-塩酸メチルエフェドリン (C₁₁H₁₇NO・HCl) 99.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、酢酸 (100) に溶けにくく、無水酢酸にほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2000) につき、紫外可視吸光度

測定法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) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法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 → 10) は塩化物の定性反応を呈する。

同条確認試験の項の次に次の pH の項を加える。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

同条純度試験の項を次のように改める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 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)。

(3) 類縁物質 本品 50 mg を水 20 mL に溶かし、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 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法により試験を行う。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、試料溶液のメチルエフェドリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のメチルエフェド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：257 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 13.6 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える。

流量：メチルエフェド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：溶媒のピークの後からメチルエフェドリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たメチルエフェドリンのピーク面積が、標準溶液のメチルエフェドリンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 50 mg 及びパラオキシ安息香酸メチル 0.4 mg を水 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メチルエフェドリン、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 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メチルエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

第一部医薬品各条の部 dl-塩酸メチルエフェドリン散 10% の条性状の項を削り、確認試験の項及び定量法の項を次のように改める。

dl-塩酸メチルエフェドリン散 10%

確認試験 本品 0.5 g に水 100 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、必要ならばろ過する。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 253 nm、255 ~ 259 nm 及び 261 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更に水 25 mL を加え、20 分間激しく振り混ぜて溶かした後、水を加えて 50 mL とし、必要ならば孔径 0.45 μ m のメンブランフィルターでろ過し、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 dl-塩酸メチルエフェドリンを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更に水を加えて溶かし、50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

dl-塩酸メチルエフェドリン ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= W_S \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

W_S ：定量用 dl-塩酸メチルエフェドリンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液 (1 → 10000)

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 μ m の液体クロマトグラフ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 13.6 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 3 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。この液 900 mL にアセトニトリル 200 mL を加える。

流量：メチルエフェドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

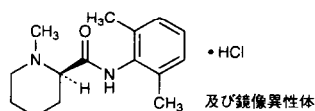
システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メチルエフェドリン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 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

面積に対するメチルエフェドリンのピーク面積の比の
相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

第一部医薬品各条の部 塩酸メピバカインの条構造式の項及
び化学名の項を次のように改める。

塩酸メピバカイン



(2*RS*)-*N*-(2,6-Dimethylphenyl)-1-methylpiperidine-2-
carboxamide monohydrochloride

第一部医薬品各条の部 オキサプロジンの条の次に次の一条
を加える。

オキシトシン

Oxytocin

Cys-Tyr-Ile-Gln-Asn-Cys-Pro-Leu-Gly-NH₂

C₄₃H₆₆N₁₂O₁₂S₂ : 1007.19

[50-56-6]

本品は合成された子宮収縮成分の作用を持つペプチドであ
る。

本品は定量するとき、換算した脱水及び脱酢酸物 1 mg
当たり 540 ~ 600 オキシトシン単位を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶け
やすい。

本品は塩酸試液に溶ける。

本品 0.10 g を新たに煮沸し冷却した水 10 mL に溶かし
た液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 2000) につき、紫外可視吸光
度測定法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。

構成アミノ酸 本品約 1 mg を加水分解用試験管にとり、6
mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、窒素置換後、減圧下密封
し、110 ~ 115 °C で 16 時間加熱する。冷後、開封し、加
水分解液を減圧で蒸発乾固し、残留物を 0.02 mol/L 塩酸試
液 2 mL に溶かし、試料溶液とする。別に L-アスパラギン
酸約 27 mg, L-トレオニン約 24 mg, L-セリン約 21
mg, L-グルタミン酸約 29 mg, L-プロリン約 23 mg, グ
リシン約 15 mg, L-アラニン約 18 mg, L-バリン約 23
mg, L-シスチン約 48 mg, メチオニン約 30 mg, L-イソ
ロイシン約 26 mg, L-ロイシン約 26 mg, L-チロジン約
36 mg, フェニルアラニン約 33 mg, 塩酸 L-リジン約 37

mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物約 42 mg 及び塩酸 L-ア
ルギニン約 42 mg をそれぞれ精密に量り、1 mol/L 塩酸
試液 10 mL に溶かし、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 20 mL と
し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを
正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を
行い、それぞれの構成するアミノ酸のロイシンに対するモル
比を求めるとき、アスパラギン酸は 0.95 ~ 1.05, グルタミ
ン酸は 0.95 ~ 1.05, プロリンは 0.95 ~ 1.05, グリシンは
0.95 ~ 1.05, イソロイシンは 0.80 ~ 1.10, チロジンは
0.80 ~ 1.05 及びシスチンは 0.80 ~ 1.05 で、他のアミノ
酸は、それぞれ 0.01 以下である。

試験条件

検出器：可視吸光度計 (測定波長：440 nm 及び 570
nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 8 cm のステンレス管に
3 μm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液
体クロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 (ナトリウ
ム型) を充てんする。

カラム温度：57 °C 付近の一定温度

化学反応槽温度：130 °C 付近の一定温度

発色時間：約 1 分

移動相：移動相 A, 移動相 B 及び移動相 C を次の表
に従って調製する。

	移動相 A	移動相 B	移動相 C
クエン酸一水和物	19.80 g	22.00 g	6.10 g
クエン酸三ナトリウ ム二水和物	6.19 g	7.74 g	26.67 g
塩化ナトリウム	5.66 g	7.07 g	54.35 g
エタノール (99.5)	260.0 mL	20.0 mL	-
ベンジルアルコール	-	-	5.0 mL
チオジグリコール	5.0 mL	5.0 mL	-
ラウロマクロゴール 溶液 (1 → 4)	4.0 mL	4.0 mL	4.0 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量
全量	2000 mL	1000 mL	1000 mL
pH	3.3	3.2	4.9

移動相の送液：移動相 A, 移動相 B 及び移動相 C の
混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの 時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)	移動相 C (%)
0 ~ 9	100	0	0
9 ~ 25	0	100	0
25 ~ 61	0	100 → 0	0 → 100
61 ~ 80	0	0	100

反応試液：酢酸リチウム二水和物 407 g, 酢酸 (100)
245 mL 及び 1-メトキシ-2-プロパノール 801 mL
を混和した後、水を加えて 2000 mL とし、窒素を
10 分間以上通じながらかき混ぜ、A 液とする。別に、
1-メトキシ-2-プロパノール 1957 mL に、ニンヒド
リン 77 g 及び水素化ホウ素ナトリウム 0.134 g を
加え、窒素を 30 分間以上通じながらかき混ぜ、B

液とする。A 液及び B 液を用時混和する。

移動相流量：毎分約 0.26 mL

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

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、アスパラギン酸、トレオニン、セリン、グルタミン酸、プロリン、グリシン、アラニン、バリン、シスチン、メチオニン、イソロイシン、ロイシン、チロジン、フェニルアラニン、リジン、ヒスチジン、アルギニンの順に溶出し、トレオニンとセリン、グリシンとアラニン及びイソロイシンとロイシンの分離度はそれぞれ 1.5、1.4 及び 1.2 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 3 回繰り返すとき、アスパラギン酸、プロリン、バリン及びアルギニンの各ピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0 % 以下である。

純度試験

(1) 酢酸 本品約 15 mg を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 約 1 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、酢酸の量は 6.0 ~ 10.0 % である。

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{) の量 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

W_S ：酢酸 (100) の秤取量 (mg)

W_T ：本品の秤取量 (mg)

内標準溶液 プロピオン酸の移動相溶液 (1 \rightarrow 10000)

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 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 0.7 mL に水 900 mL を加え、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液 950 mL にメタノール 50 mL を加える。

流量：酢酸の保持時間が約 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：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸、プロピオン酸の順に溶出し、その分離度は 14 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、内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

(2) 類縁物質 本品 25 mg を移動相 A 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 50 μ L につき、次の条件で

液体クロマトグラフ法により試験を行う。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それらのピーク面積を求めるとき、オキシトシン以外のそれぞれのピークの量は 1.5 % 以下である。また、オキシトシン以外のピークの合計量は 5.0 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、移動相の送液及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：オキシトシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相 A 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 A を加えて正確に 10 mL とする。この液 50 μ L から得たオキシトシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のオキシトシンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり、移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する。この液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バソプレシン、オキシトシンの順に溶出し、その分離度は 14 以上であり、オキシトシン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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (50 mg、電量滴定法)。

定量法 本品約 13000 単位に対応する量を精密に量り、移動相 A を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に脳下垂体後葉標準品のオキシトシン 1 バイアルを移動相 A に溶かし、1 mL 中に約 130 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の脱水及び脱酢酸物 1 mg 中の単位数

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

W_S ：標準溶液 1 mL 中の単位数

W_T ：脱水及び脱酢酸物に換算した試料の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水合物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす。

移動相 B：水/アセトニトリル混液 (1 : 1)

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。

注入後からの 時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0 ~ 30	70 → 40	30 → 60
30 ~ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ~ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：本品及びバソプレシンを適量とり、移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.1 mg を含む液を調整する。この液 25 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バソプレシン、オキシトシンの順に溶出し、その分離度は 14 以上であり、オキシトシン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：標準溶液 25 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯 法

保存条件 2 ~ 8℃ で保存する。

容 器 気密容器。

第一部医薬品各条の部 オキシトシン注射液の条純度試験の項及び有効期限の項を削り、基原の項、製法の項及び性状の項を次のように改める。

オキシトシン注射液

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示されたオキシトシン単位の 90.0 ~ 110.0 % を含む。

製 法 本品は「オキシトシン」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。

同条 pH の項の次に次の五項を加える。

エンドトキシン 10 EU/オキシトシン単位未満。

実 容 量 試験を行うとき、これに適合する。

不溶性異物 第 1 法により試験を行うとき、これに適合する。

不溶性微粒子 第 1 法により試験を行うとき、これに適合する。

無 菌 メンブランフィルター法により試験を行うとき、これに適合する。

同条定量法の項を次のように改める。

定 量 法 本品の表示単位に従い、その適量を正確に量り、希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む溶液を調製し、試料溶液とする。別に脳下垂体後葉標準品のオキシトシン 1 バイアルを移動相 A に溶かし、正確に 20 mL とする。この液の適量を正確に量り、希釈液を加えて 1 mL 中に約 1 単位を含む濃度の明らかな溶液を調製し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液

のオキシトシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{本品 1 mL 中の単位数} = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{b}{a}$$

W_s ：標準溶液 1 mL 中の単位数

a ：本品の秤取量 (mL)

b ：希釈液を加えて試料溶液を調製したときの全容量 (mL)

希釈液：クロロブタノール 5 g、酢酸ナトリウム三水合物 1.1 g、酢酸 (100) 5 g 及びエタノール (99.5) 6 mL を水に溶かし、1000 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 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℃ 付近の一定温度

移動相 A：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を水 1000 mL に溶かす。

移動相 B：水/アセトニトリル混液 (1:1)

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。

注入後からの 時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0 ~ 30	70 → 40	30 → 60
30 ~ 30.1	40 → 70	60 → 30
30.1 ~ 45	70	30

流量：毎分 1.0 mL

システム適合性

システムの性能：オキシトシン及びバソプレシンを適量とり、移動相 A を加えて 1 mL 中にそれぞれ 0.02 mg を含む液を調整する。この液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バソプレシン、オキシトシンの順に溶出し、その分離度は 14 以上であり、オキシトシン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：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキシトシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

第一部医薬品各条の部 カリジノゲナーゼの条定量法の項を次のように改める。

カリジノゲナーゼ

定 量 法 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ約 10 単位を含む溶液を調製し、これを試料原液とする。試料原液 4 mL を正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え、更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に

10 mL とし、試料溶液とする。あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液 (1) 2.5 mL を正確に量り、層長 1 cm のセルに入れ、これに $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ、 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{T6} を測定する。別にカリジノゲナーゼ標準品を pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、1 mL 中に正確に 10 単位を含む液を調製し、標準原液とする。標準原液 4 mL を正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え、更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 0.5 mL を正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{S2} 及び A_{S6} を測定する。別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り、これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする。この液 0.5 mL を正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{O2} 及び A_{O6} を測定する。

本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

$$= \frac{(A_{T6} - A_{T2}) - (A_{O6} - A_{O2})}{(A_{S6} - A_{S2}) - (A_{O6} - A_{O2})} \times \frac{W_S}{a} \times \frac{1}{b}$$

W_S : カリジノゲナーゼ標準品の秤取量 (単位)

a : 標準原液の容量 (mL)

b : 試料原液 1 mL 中の本品の量 (mg)

第一部医薬品各条の部 金チオリンゴ酸ナトリウムの条乾燥減量の項を削り、基原の項、性状の項及び確認試験の項 (3) の目を次のように改める。

金チオリンゴ酸ナトリウム

本品は定量するとき、換算した脱水及び脱エタノール物に対し、金 (Au: 196.97) 49.0 ~ 52.5 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末又は粒である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品は光によって緑色を帯びた淡黄色となる。

確認試験

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) 2 mL を磁製のつぼにとり、アンモニア試液 1 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加え、蒸発乾固した後、強熱する。残留物に水 20 mL を加えてろ過するとき、ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒である。

同条確認試験の項 (3) の目の次に次の (4) の目及び (5) の目を加える。

確認試験

(4) (3) のろ液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

(5) (3) のろ液は硫酸塩の定性反応を呈する。

同条純度試験の項 (3) の目の次に次の (4) の目及び水分の項を加える。

純度試験

(4) エタノール 本品約 0.2 g を精密に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更に水 2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にエタノール (99.5) 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、エタノールの量は 3.0 % 以下である。

$$\text{エタノールの量 (mg)} = \frac{Q_T}{Q_S} \times 6 \times 0.793$$

0.793: 20°C におけるエタノール (99.5) の密度 (g/mL)

内標準溶液 2-プロパノール溶液 (1 → 500)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 3 m の管に 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0085 μm , 300 ~ 400 m^2/g) を充てんする。

カラム温度: 180°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 内標準物質の保持時間が約 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: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、エタノール、内標準物質の順に流出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 2 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エタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (0.1 g, 電量滴定法)。ただし、水分気化装置を用いる (加熱温度: 105°C , 加熱時間: 30 分)。

同条定量法の項を次のように改める。

定量法 本品約 25 mg を精密に量り、王水 2 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に原子吸光度用金標準液 5 mL, 10 mL 及び 15 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) とする。試料溶液及び標準溶液 (1), 標準溶

液(2)及び標準溶液(3)につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)の濃度と吸光度の関係から得た検量線を用いて試料溶液の金含量を求める。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：金中空陰極ランプ

波長：242.8 nm

第一部医薬品各条の部 無水クエン酸の条確認試験の項を次のように改める。

無水クエン酸

確認試験 本品を 105℃ で 2 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法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。

第一部医薬品各条の部 クラリスロマイシンの条基原の項、融点の項、純度試験の項(2)の目及び(3)の目を次のように改める。

クラリスロマイシン

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 950 ~ 1050 μg (力価) を含む。ただし、本品の力価は、クラリスロマイシン (C₃₈H₅₉NO₁₃) としての量を質量(力価)で示す。

融点 220 ~ 227℃

純度試験

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にクラリスロマイシン標準品約 10 mg を精密に量り、移動相に溶かし、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法により試験を行い、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、脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量は 2.0 % 以下であり、類縁物質の合計は 5.0 % 以下である。なお、0.05 % 未満のピークは削除する。

脱水物に換算した本品中の個々の類縁物質の量 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times 100$$

脱水物に換算した本品中の類縁物質の合計 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{\sum A_T}{A_s} \times 100$$

W_s：クラリスロマイシン標準品の秤取量 (mg)

W_T：脱水物に換算した本品の秤取量 (mg)

A_s：標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積

A_T：試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積

∑A_T：試料溶液のクラリスロマイシン以外のピーク面積の合計

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：試料溶液注入後 2 分から主ピークの保持時間の約 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：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 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 10 μL から得たクラリスロマイシンのピーク面積が標準溶液のクラリスロマイシンのピーク面積の 14 ~ 26 % になることを確認する。

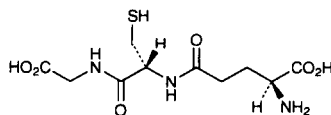
システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クラリスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

第一部医薬品各条の部 グルコン酸クロルヘキシジン液の条の次に次の一条を加える。

グルタチオン

Glutathione

グルタチオン (還元型)



C₁₀H₁₇N₃O₆S : 307.32

(2S)-2-Amino-4-[1-(carboxymethyl) carbamoyl]-(2R)-2-sulfanylethylcarbamoylbutanoic acid [70-18-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、グルタチオン (C₁₀H₁₇N₃O₆S) 98.0 ~ 101.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

融点：約 185℃ (分解)。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カ