

## ジメンヒドリナート錠

確認試験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  $\mu\text{m}$  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 中にジメンヒドリナート ( $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_4\text{O}_2$ ) 約 28  $\mu\text{g}$  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。別に定量用ジメンヒドリナートを酸化リン (V) を乾燥剤として 24 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 50 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 276 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ジメンヒドリナート ( $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_4\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
 $= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$

$W_s$ : 定量用ジメンヒドリナートの秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のジメンヒドリナート ( $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_4\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

## ジョサマイシン錠

崩壊性の項を次のように改める。

崩壊性 (6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。

## 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

製法の項を次のように改める。

製法 本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり、散剤の製法により微粒状に製する。

確認試験の項の次に次の項を追加する。

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

## セファクロール複合顆粒

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5包以上をとり、内容物の全量を取り出し、少量のpH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後、pH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え、10分間激しく振り混ぜた後、表示全力価に従い1 mL中に「セファクロール」約5 mg(力価)を含む液となるようにpH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする。この液10 mLを正確に量り、pH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に25 mLとし、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1 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセファクロール標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、pH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩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50 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。次式により、個々の類縁物質の量を求めるとき、0.6%以下である。また、類縁物質の合計量は2.8%以下である。必要ならばpH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液50 μLにつき同様に操作し、ベースラインの変動を補正する。

個々の類縁物質の量 (%) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V/4) \times \{1/(C \times T)\}$

類縁物質の合計量 (%) =  $W_s \times (\Sigma A_T/A_S) \times (V/4) \times \{1/(C \times T)\}$

$W_s$ : セファクロール標準品の秤取量 [mg(力価)]

$A_T$ : 試料溶液のセファクロール、溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積

$\Sigma A_T$ : 試料溶液のセファクロール、溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外のピークの合計面積

$A_S$ : 標準溶液のセファクロールのピーク面積

$C$ : 1包中の「セファクロール」の表示全力価 [mg(力価)]

$T$ : 採取包数 (包)

### 試験条件

「セファクロール」の純度試験(3)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1 mLを正確に量り、pH4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。この液50 μLから得たセファクロールのピーク面積が、標準溶液のセファクロールのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

システムの性能: 標準溶液50 μLにつき、上記の条件で操作するとき、セファクロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、0.8 ~ 1.3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3回繰り返すとき、セファクロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

## セラセフェート

化学名の項を削除する。

## 結晶セルロース

英名の項の次に次を追加する。

[9004-34-6, セルロース]

## 粉末セルロース

英名の項の次に次を追加する。

[9004-34-6, セルロース]

## テイコプラニン

基原の項を次のように改める。

本品は、*Actinoplanes teichomyceticus* の培養によって得られる抗細菌活性を有するグリコペプチド系化合物の混合物である。

本品は定量するとき、換算した脱水、脱塩化ナトリウム及び脱残留溶媒物 1 mg 当たり 900 ~ 1120  $\mu\text{g}$  (力価) を含む。ただし、本品の力価は、テイコプラニン ( $\text{C}_{72\sim 89}\text{H}_{68\sim 99}\text{Cl}_2\text{N}_{8\sim 9}\text{O}_{28\sim 33}$ ) としての量を質量 (力価) で示す。

## テストステロンエナント酸エステル注射液

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) 第2法により試験を行うとき、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。

## テストステロンプロピオン酸エステル注射液

不溶性異物の項の次に次を追加する。

不溶性微粒子 (6.07) 第2法により試験を行うとき、適合する。

## トウモロコシデンプン

確認試験(1)の項を次のように改める。

### 確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液(1:1)を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検(5.01)するとき、通例、直径2～23 $\mu\text{m}$ の不規則な多面角の粒又は25～35 $\mu\text{m}$ の不規則な円形又は球形の粒を認める。へそは明瞭な空洞又は2～5つの放射状の裂け目となり、同心性の筋はない。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

純度試験(3)の次に次の項を追加する。

### 純度試験

◆(4) 異物 本品を鏡検(5.01)するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

## トルブタミド錠

確認試験の項の次に次を追加する。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

溶出性の項を次のように改める。

溶出性 (6.10) 試験液に pH7.4 のリン酸塩緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 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  $\mu\text{m}$  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 中にトルブタミド ( $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ ) 約 10  $\mu\text{g}$  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。別にトルブタミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、メタノール 10 mL に溶かした後、試験液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 226 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

トルブタミド ( $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$

$W_s$ : トルブタミド標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のトルブタミド ( $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ ) の表示量 (mg)

## ニコモール錠

確認試験の項の次に次を追加する。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

## 無水乳糖

純度試験(2)の項を次のように改める。

### 純度試験

(2) 酸又はアルカリ 本品 6 g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき、液は無色である。この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えるとき、その量は 0.4 mL 以下である。

異性体比の項を次のように改める。

異性体比 本品 1 mg を 5 mL のガスクロマトグラフィー用スクリーキャップ付きバイアルにとり、ジメチルスルホキシド 0.45 mL を加え、栓をしてよく振り混ぜる。ピリジン/トリメチルシリルイミダゾール混液 (18 : 7) 1.8 mL を加えた後、20 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液 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。液の  $\alpha$ -乳糖のピーク面積  $A_a$  及び  $\beta$ -乳糖のピーク面積  $A_b$  を測定し、本品中の  $\alpha$ -乳糖の含有率 (%) 及び  $\beta$ -乳糖の含有率 (%) を次式により計算する。

$$\alpha\text{-乳糖の含有率 (\%)} = \{A_a / (A_a + A_b)\} \times 100$$

$$\beta\text{-乳糖の含有率 (\%)} = \{A_b / (A_a + A_b)\} \times 100$$

### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料導入部の温度：約 275°C

カラム：内径 4 mm、長さ 90 cm のガラス管にガスクロマトグラフィー用 25%フェニル-25%シアノプロピル-メチルシリコーンポリマーをガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 3%の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：215°C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 40 mL の一定流量

### システム適合性

システムの性能： $\alpha$ -乳糖・ $\beta$ -乳糖混合物 (1 : 1) 1 mg につき、試料溶液と同様に操作し、その 2  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、 $\beta$ -乳糖のピークに対する  $\alpha$ -乳糖のピークの相対保持時間は約 0.7 で、その分離度は 3.0 以上である。

## 乳糖水和物

純度試験(2)の項を次のように改める。

### 純度試験

(2) 酸又はアルカリ 本品 6g を新たに煮沸して冷却した水 25 mL に加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 0.3 mL を加えるとき、液は無色である。この液に液の色が無色から淡赤色又は赤色に変化するまで 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えるとき、その量は 0.4 mL 以下である。

## ノルエチステロン

性状の項を次のように改める。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール(95)、アセトン又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は光によって変化する。

旋光度の項を次のように改める。

旋光度(2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  :  $-32 \sim -37^\circ$  (乾燥後; 0.25 g, アセトン, 25 mL, 100 mm) .

## バソプレシン注射液

純度試験の項の次に次を追加する。

エンドキシン〈4.01〉 15 EU/バソプレシン単位未満。

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。

## バルプロ酸ナトリウム

基原の項を次のように改める。

本品を乾燥したものは定量するとき、バルプロ酸ナトリウム ( $C_8H_{15}NaO_2$ ) 98.5 ~ 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) 又は酢酸 (100) に溶けやすい。

本品は吸湿性である。

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) 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、ジエチルエーテル 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液の溶媒を留去し、残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の液膜法により測定して得た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) はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

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 2.0 g を水 44 mL に溶かし、希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 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 に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) 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 2  $\mu$ L ずつを正確にとり、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。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、試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない。

### 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 2 m のガラス管にガスクロマトグラフィー用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ~ 180  $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5% 及び 1% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：145°C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：バルプロ酸の保持時間が約 7 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バルプロ酸の保持時間の約 2 倍の範囲

### システム適合性

システムの性能：試料溶液 2 mL 及び *n*-吉草酸 8  $\mu$ L を量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) を加えて 10 mL とする。この液 2  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、*n*-吉草酸、バルプロ酸の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 mL を正確に量り、ギ酸/酢酸メチル混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とする。この液 2  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸のピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

## バレイショデンプン

確認試験(1)の項を次のように改める。

### 確認試験

(1) 本品は、水/グリセリン混液(1:1)を加え、光学顕微鏡を用いて鏡検(5.01)するとき、通例、直径30～100 $\mu\text{m}$ 、しばしば100 $\mu\text{m}$ 以上の大きさで形が不ぞろいの卵球形又は西洋ナシ形の粒又は10～35 $\mu\text{m}$ の大きさの円形の粒を認める。まれに2～4個の粒からなる複粒を認める。卵球形又は西洋ナシ形の粒には偏心性のへそがあり、円形の粒には非中心性又はわずかに偏心性のへそがある。すべての粒子は顕著な層紋を認める。交叉した偏光プリズム間では、本品はへそで交叉する明瞭な黒い十字を示す。

純度試験(3)の次に次の項を追加する。

### 純度試験

◆(4) 異物 本品を鏡検(5.01)するとき、他のでんぷん粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。◆

## ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

純度試験の項を次のように改める。

純度試験 黄体形成ホルモン 定量法及び次の方法により試験を行うとき、黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は1以下である。黄体形成ホルモンの測定法には精のう重量法と卵巣アスコルビン酸減少法がある。黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率が1以下、0.10以上の場合、精のう重量法を用いることができる。

### 1. 精のう重量法

(i) 試験動物 体重約45～65gの健康な雄シロネズミを用いる。

(ii) 標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、pH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液1.0 mL中に10、20及び40黄体形成ホルモン単位を含む3種の溶液を製する。この溶液を5匹を1群とする試験動物に(iv)の操作法に従って注射し、精のうの質量を測定する。試験の結果に基づき精のうの質量が20～35 mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液  $S_H$  とする。この高用量標準溶液にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液  $S_L$  とする。

(iii) 試料溶液 本品の適量を精密に量り、高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし高用量試料溶液  $T_H$  とする。この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液  $T_L$  とする。

調製した標準溶液及び試料溶液は2～8℃に保存する。

(iv) 操作法 試験動物を1群10匹以上で各群同数のA、B、C及びDの4群に無作為に分け、各群にそれぞれ  $S_H$ 、 $S_L$ 、 $T_H$  及び  $T_L$  を1日1回0.2 mLずつ5日間皮下注射し、第6日に精のうを摘出し、附着する外液と不要組織を分離し、ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し、精のうの質量を量る。

(v) 計算法 定量法の(v)を準用する。ただし、卵巣質量を精のう質量に読み替える。

### 2. 卵巣アスコルビン酸減少法

(i) 試験動物 体重約45～65gの健康な雌シロネズミを用いる。

(ii) 標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液1.0 mL中に、2、4、8及び16黄体形成ホルモン単位を含む4種の溶液を製する。この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に、次の操作法に従ってそれぞれ注射し、卵巣アスコルビン酸量を測定する。別の1群にpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を注射し、対照とする。試験結果に基づき、卵巣アスコルビン酸量が対照の0.80～0.85倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準溶液の濃度とし、その用量の4～6倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める。ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し、それぞれ高用量標準溶液  $S_H$  及び低用量標準溶液  $S_L$  とする。

(iii) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等用量中に含むようにpH7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、それぞれ高用量試料溶液  $T_H$  及び低用量試料溶液  $T_L$  とする。

(iv) 操作法 試験動物に対して血清性性腺刺激ホルモンの80単位を生理食塩液0.5 mLに溶かした液を1匹当たり80単位皮下注射する。56～72時間後にヒト絨毛性性腺刺激ホルモンの40単位を生理食塩液0.5 mLに溶かした液を1匹当たり40単位皮下注射する。最後の注射から6～9日に試験動物を1群10匹以上で各群同数のA、B、C及びDの4群に無作為に分け、A群には高用量標準溶液、B群には低用量標準溶液、C群には高用量試料溶液、D群には低用量試料溶液を各々1 mLずつ尾静脈より注射する。注射後2～4時間後に左右卵巣を摘出し、附着する脂肪その他の不要組織を分離し秤量した後、5～15 mLのメタリン酸溶液(1→40)を一定量加え、ホモジナイザーを用いて氷冷下でホモジナイズし遠心分離する。上清0.5～1 mL(1 mLを原則とし、吸光度が0.1以下の場合には上清を半量の0.5 mLとする)に、メタリン酸溶液(1→40)1.5 mL、2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5 mLをそれぞれ加えて混和し、紫外可視吸光度測定法(2.24)により直ちに試験を行い、波長520 nmにおける吸光度を測定する。別にアスコルビン酸標準品10.0 mgを正確に量り、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50 mLとする。この液適量を正確に量り、メタリン酸溶液(1→40)を加えて1 mL中にアスコルビン酸( $C_6H_8O_6$ : 176.12) 2.0～10.0  $\mu$ gを含む液となるように薄める。この液2.5 mLに2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム・酢酸ナトリウム試液2.5 mLを加えて混和し同様に吸光度を測定し検量線を作成する。このアスコルビン酸の検量線から卵巣100 g中のアスコルビン酸量(mg)を求める。

(v) 計算法 定量法の(v)を準用する。ただし、卵巣質量をアスコルビン酸量に読み替える。

## 注射用ヒドララジン塩酸塩

*pH*の項の次に次を追加する。

エンドトキシン〈4.01〉 5.0 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。(T: 106.0%)

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。

## ピペミド酸水和物

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、ピペミド酸 ( $C_{14}H_{17}N_5O_3$  : 303.32) 98.5 ~ 101.0%を含む。

性状の項を次のように改める。

性状 本品は微黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく、メタノールにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 250℃ (分解)。

純度試験の(1)と(2)の項を次のように改める。

### 純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 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 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021%以下)。

(2) 硫酸塩 (1.14) 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、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 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048%以下)。

乾燥減量の項を削除し、次の項を追加する。

水分 (2.48) 14.5 ~ 16.0% (20 mg, 電量滴定法)。

定量法の項を次のように改める。

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 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 = 30.33 mg  $C_{14}H_{17}N_5O_3$

## ヒドロキシプロピルセルロース

英名の項の次に次を追加する。

[9004-64-2]

## 低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

英名の項の次に次を追加する。

[9004-64-2, ヒドロキシプロピルセルロース]

## ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム

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、ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム ( $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$ ) 96.0 ~ 102.0 %を含む。

旋光度の項を次のように改める。

旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +123 ~ +131° (脱水物に換算したもの 1 g, pH7.0 のリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm)。

純度試験(5)を次のように改める。

### 純度試験

(5) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ、七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、20±1°C で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 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) により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

遊離リン酸 ( $H_3PO_4$ ) の含量 (%) =  $(A_T/A_S) \times (1/W) \times 258.0$

$W$ : 脱水物に換算した本品の秤取量 (mg)

乾燥減量の項を次のように改める。

水分 (2.48) 5.0 % 以下 (30 mg, 電量滴定法)。

定量法の項を次のように改める。

定量法 本品及びヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品 (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、それぞれを移動相 50 mL に溶かした後、内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え、移動相を加えて 200 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 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ヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム ( $C_{21}H_{29}Na_2O_8P$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (Q_T/Q_S)$

$W_S$ : 脱水物に換算したヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液 (3 → 5000)

### 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 7  $\mu$ 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: pH2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (1 : 1)

流量: ヒドロコルチゾンリン酸エステルの保持時間が約 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  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾンリン酸エステル、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 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ヒドロコルチゾンリン酸エステルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

## ヒプロメロース

化学名の項を削除する。

ヒプロメロースフタル酸エステル

化学名の項を削除する。

## ファモチジン散

Famotidine Powder

確認試験の項の次に次を追加する。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、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包をとり、内容物の全量を取り出し、ファモチジン ( $C_8H_{15}N_7O_2S_3$ ) 10 mg 当たり水 10 mL を加え、よく振り混ぜ、次にメタノール 10 mL を加え、更によく振り混ぜた後、1 mL 中にファモチジン ( $C_8H_{15}N_7O_2S_3$ ) 約 0.4 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 とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ファモチジン ( $C_8H_{15}N_7O_2S_3$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/250)$

$W_s$  : 定量用ファモチジンの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 500) 5 mL に水を加えて 50 mL とする。

## シロップ用ファロペネムナトリウム

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。

本品の表示量に従い「ファロペネムナトリウム水和物」約 50 mg (力価) 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 0.45  $\mu\text{m}$  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。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、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 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 306 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ファロペネム ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_5\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 225$

$W_S$ : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg (力価)]

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1 g 中のファロペネム ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_5\text{S}$ ) の表示量 [mg (力価)]

## ファロペネムナトリウム錠

崩壊性の項を削除し、溶出性の項を追加する。

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 30 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  $\mu\text{m}$  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「ファロペネムナトリウム水和物」約 56  $\mu\text{g}$  (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。別にファロペネムナトリウム標準品約 18 mg (力価) に対応する量を精密に量り、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 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 306 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

ファロペネム ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  $= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 225$

$W_s$ : ファロペネムナトリウム標準品の秤取量 [mg (力価)]

$C$ : 1 錠中のファロペネム ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{NO}_3\text{S}$ ) の表示量 [mg (力価)]

## フェニトイン散

基原の項を次のように改める。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0% に対応するフェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ : 252.27) を含む。

定量法の項を次のように改める。

**定量法** 本品のフェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ ) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、メタノール 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、メタノールを加え、正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェニトインを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 25 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 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 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フェニトインのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

フェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (Q_T / Q_S) \times 2$

$W_S$ : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 → 25000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258 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: メタノール/pH 3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (11 : 9)

流量: フェニトインの保持時間が約 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 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出し、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  $\mu$ 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フェニト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。

## フェニトイン錠

基原の項を次のように改める。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するフェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$  : 252.27) を含む。

確認試験の項を次のように改める。

**確認試験** 本品を粉末とし、表示量に従い「フェニトイン」0.3 g に対応する量を取り、分液漏斗に入れ、希塩酸 1 mL 及び水 10 mL を加え、ジエチルエーテル 100 mL で 1 回、次に 25 mL ずつで 4 回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去し、残留物を 105°C で 2 時間乾燥する。残留物につき、「フェニトイン」の確認試験を準用する。

確認試験の項の次に次の項を追加する。

**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 個を取り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 3V/5 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、1 mL 中にフェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ ) 約 1 mg を含む液となるように水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加え、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、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

$$\text{フェニトイン (} C_{15}H_{12}N_2O_2 \text{) の量 (mg)} = W_s \times (Q_T / Q_S) \times (V / 25)$$

$W_s$  : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 → 25000)

定量法の項を次のように改める。

**定量法** 本品 20 個以上を取り、その質量を精密に量り、めのう製乳鉢を用いて粉末とする。フェニトイン ( $C_{15}H_{12}N_2O_2$ ) 約 50 mg に対応する量を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 15 分間超音波処理し、更に 10 分間振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加え、正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェニトインを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 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 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 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フェニトインのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{フェニトイン (} C_{15}H_{12}N_2O_2 \text{) の量 (mg)} = W_s \times (Q_T / Q_S) \times 2$$

$W_s$  : 定量用フェニトインの秤取量 (mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 → 25000)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 258 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填する。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/pH3.5 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (11 : 9)

流量 : フェニトインの保持時間が約 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 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェニトイン、内標準物質の順に溶出し、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  $\mu$ 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フェニト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。

## フェノバルビタール

Phenobarbital

基原の項を次のように改める。

本品を乾燥したものは定量するとき、フェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) 99.0 ~ 101.0%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 pH9.6 ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液 (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。

## フェノバルビタール散 10%

次のように改める。

本品は定量するとき、フェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ : 232.24) 9.3~10.7%を含む。

### 製法

フェノバルビタール	100 g
デンプン、乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

### 確認試験

(1) 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 238~242 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 6 g をとり、エタノール 150 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で約 5 mL まで濃縮し、水約 50 mL を加えて析出した結晶をろ取し、この結晶を 105°C で 2 時間乾燥し、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フェノバルビタール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。

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。

本品約 0.3 g 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 0.45  $\mu$ 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 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用フェノバルビタールを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 17 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 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液/水混液 (2:1) 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 240 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180$

$W_S$ : 定量用フェノバルビタールの秤取量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1 g 中のフェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) の表示量 (mg)

粒度 (6.03) 試験を行うとき、適合する。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用フェノバルビタールを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリ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、pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 240 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (A_T/A_S)$

$W_S$ : 定量用フェノバルビタールの秤取量 (mg)

貯法 容器 密閉容器。

## フェノールスルホンフタレイン注射液

*pHの項の次に次を追加する。*

エンドキシン (4.01) 7.5 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) 第2法により試験を行うとき、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。

## プロカインアミド塩酸塩

基原の項を次のように改める。

本品を乾燥したものは定量するとき、プロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) 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～淡黄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) にやや溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験の項を次のように改める。

### 確認試験

(1) 本品を乾燥し、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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

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 (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)。

(3) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第1法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 50 mg を移動相 100 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 50 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 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、試料溶液のプロカインアミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロカインアミド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 270 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：pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (9 : 1)

流量：プロカインアミドの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：プロカインアミドの保持時間の約 2 倍の範囲

### システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 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 から得たプロカインアミドのピーク面積が、標準溶液のプロカインアミドのピーク面積の 40 ~ 60% 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、プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.5 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、プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量の項を次のように改める。

乾燥減量 (2.41) 0.3% 以下 (2 g, 105°C, 4 時間)。

## プロカインアミド塩酸塩錠

基原の項を次のように改める。

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** 本品を粉末とし、表示量に従い「プロカインアミド塩酸塩」1.5 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 0.2 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

確認試験の項の次に次を追加する。

**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 個を取り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 37/5 mL を加え、超音波処理により完全に崩壊させた後、1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) 約 2.5 mg を含む液となるように pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に  $V$  mL とし、5 分間かき混ぜる。この液を遠心分離した後、上澄液 1 mL を正確に量り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 250 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V/20)$

$W_s$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

溶出性の項を次のように改める。

**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 30 分間の溶出率は 80% 以上である。

本品 1 個を取り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 30 mL 以上を取り、孔径 0.8  $\mu$ 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 中にプロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) 約 7  $\mu$ g 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 とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロカインアミドを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.125 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 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 278 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

プロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/2)$$

$W_s$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

定量法の項を次のように改める。

**定量法** 本品 10 個を取り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液約 300 mL を加え、超音波処理により完全に崩壊させる。これに pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 500 mL とし、5 分間かき混ぜる。この液を遠心分離した後、上澄液  $V$  mL を正確に量り、1 mL 中にプロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) 約 10  $\mu$ g を含む液となるように pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて  $V'$  mL とする。この液を孔径 0.45  $\mu$ m 以下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。別に定量用塩酸プロカインアミドを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 50 mg を精密に量り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L 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、それぞれのプロカインアミドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

プロカインアミド塩酸塩 ( $C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/10)$

$W_s$ : 定量用塩酸プロカインアミドの秤取量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長 270 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：pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (9 : 1)

流量：プロカインアミドの保持時間が約 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：標準溶液 10  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，プロカインアミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 10000 段以上，1.5 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，プロカインアミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。