

## ○第十四改正日本薬局方の一部改正等について

(平成14年3月29日)  
(医薬発第0329001号)

(各都道府県知事あて厚生労働省医薬局長通知)

「日本薬局方を定める件(平成13年厚生労働省告示第111号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第151号)、「薬事法第14条第1項の規定に基づき製造又は輸入の承認を要しないものとして厚生労働大臣の指定する医薬品等(平成6年厚生省告示第104号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第152号)、「承認不要医薬品基準(平成9年厚生省告示第135号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第153号)、「生物学的製剤基準(平成5年厚生省告示第217号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第154号)及び「日本抗生物質医薬品基準(平成10年厚生省告示第216号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第155号)が平成14年3月29日付けで公布され、平成14年4月1日から施行されることとなった。ついては、下記事項につき御了知の上、貴管下関係者に対する周知徹底及び指導方お願い致したい。

また、これに伴い、日本薬局方外医薬品規格(平成9年6月19日薬発第790号)(以下「局外規」という。)、日本薬局方外生薬規格(平成元年9月16日薬審二第1176号)(以下「局外生規」という。)、医薬品添加物規格(平成10年3月4日薬発第178号)(以下「薬添規」という。)、医薬部外品原料規格(平成3年5月14日薬発第535号)(以下「外原規」という。)、化粧品種別配合成分規格(平成5年10月1日薬審第813号)(以下「粧配規」という。)及び薬局製剤指針(昭和55年10月9日薬発第1337号)の一部を下記のとおり3月29日付けで改正し、平成14年4月1日から施行することとしたので、併せて御留意頂きたい。

### 記

第1 日本薬局方(以下「薬局方」という。)、承認不要医薬品基準、生物学的製剤基準(以下「生物基準」という。)及び日本抗生物質医薬品基準(以下「日抗基」という。)の一部改正について

1 薬局方、承認不要医薬品基準、生物基準、日抗基の通則又は総則において、「医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならないとする」旨の規定を追加したこと。

ここでいう「健康なもの」とは、各医薬品の適切な使用方法において、ヒトへの感染性を有する疾病又は感染を有さない動物をいうものであり、現時点においては、例えば、経口・外用医薬品等について、動物由来成分の原料となる動物が食用基準を満たしていることが確認できることをいうこと。

なお、この「健康なもの」の基準は人獣共通感染症等に関する新たな知見等を踏まえ適宜、見直されるべきものであること。

2 薬局方医薬品各条について、第一部医薬品各条からフェナセチンを削除したこと。

第2 「薬事法第14条第1項の規定に基づき製造又は輸入の承認を要しないものとして厚生労働大臣の指定する医薬品等(平成6年厚生省告示第104号)の一部を改正する件」(平成14年厚生労働省告示第152号)について

承認を要しない医薬品として、「次に掲げるその他の医薬品のうち、専ら他の医薬品の製造の用に供されるもの」の項において、フェナセチンの削除を行ったこと。

第3 局外規、局外生規、薬添規、外原規、粧配規及び薬局製剤指針の一部改正等について

動物由来成分を原料として製造される医薬品、医薬部外品、化粧品(以下、「医薬品等」という。)の品質及び安全性を確保するため、局外規、局外生規、薬添規、外原規、粧配規及び薬局製剤指針(以下「他基準書」という。)の一部改正については、別紙1～6のとおりとすること。

第4 薬局方等の一部改正等に伴う取扱いについて

1 薬局方通則追加の取扱い

平成15年3月31日までに製造され、又は輸入される医薬品に対する第十四改正日本薬局方第一部通則(第十四改正日本薬局方第二部通則において準用する場合を含む。)の適用については、なお従前の例によることができる。

2 薬局方削除品目の取扱い

削除品目については、平成14年4月1日以後、日本薬局方医薬品として製造(輸入)又は販売することは認められないこと。

3 承認不要医薬品基準、生物基準、日抗基、他基準書の一部改正に伴う取扱い

平成15年3月31日までに製造され、又は輸入される医薬品等については、なお従前の例によることができる。

第5 その他

平成5年2月10日薬発第111号厚生省薬務局長通知「パーマネント・ウェーブ用剤製造(輸入)承認基準」別表3及び平成3年5月14日薬発第533号厚生省薬務局長通知「染毛剤製造(輸入)承認基準」別表3の日局「フェナセチン」は削除する。

別紙1 日本薬局方外医薬品規格の一部改正について

通則の部に次の規定を追加する。

- 7 「3 各条」に規定する医薬品又は当該医薬品の製造に用いる医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

別紙2 日本薬局方外生薬規格の一部改正について

総則の部に次の規定を追加する。

- 6 日本薬局方外生薬規格の医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

別紙3 医薬品添加物規格の一部改正について

- 1 通則の部に次の規定を追加する。

- 7 医薬品添加物各条に規定する医薬品添加物が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

- 2 医薬品添加物各条の部に次の食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)収載品目を別添1のとおり追加すること。

カゼイン  
カゼインナトリウム  
コンドロイチン硫酸ナトリウム  
トリプシン  
粉末ビタミンA  
ペプシン

別紙4 医薬部外品原料規格の一部改正について

- 1 通則の部に次の規定を追加する。

- 8 各条に規定する成分が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

- 2 各条の部に次の化粧品原料基準(昭和42年厚生省告示第322号)収載品目を別添2のとおり追加すること。

エストラジオール  
エストロン  
エチニルエストラジオール  
塩化リゾチーム  
カゼイン  
含糖ペプシン  
コンドロイチン硫酸ナトリウム  
脱脂粉乳  
パンクレアチン  
ミンク油  
卵黄油

別紙5 化粧品種別配合成分規格の一部改正について

通則の部に次の規定を追加する。

- 34 各条に規定する成分が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

別紙6 薬局製剤指針の一部改正について

通則の部に次の規定を追加する。

- 9 医薬品各条に規定する医薬品が動物に由来するものを原料として製造されるものであるときは、別に規定する場合を除き、当該動物は、原則として、健康なものでなければならない。

別添1

## カゼイン

### Casein

含量 本品を乾燥したものは、窒素(N=14.01)13.8~16.0%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mlを加えて溶かし、酢酸(1→3)8mlを加えるとき、白色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mlを加えて溶かし、硫酸銅溶液(1→8)1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は、紫色を呈する。

(3) 本品0.1gを450~550℃で強熱するとき、発煙し、特異なにおいを発生する。煙が発生しなくなった後、加熱をやめ、冷後、黒色の残留物に硝酸(1→10)5mlを加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液にモリブデン酸アンモニウム試液1mlを加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

本品を減圧デシケーターで4時間乾燥した後、微細な粉末とし、その0.1gを量り、水30mlを加えて振り混ぜ、約10分間放置し、水酸化ナトリウム溶液(1→250)2mlを加え、ときどき振り動かしながら60℃で1時間加温して溶かし、冷後、水を加えて100mlとし、検液とする。

(2) 液性 pH3.7~6.5

本品1.0gを量り、水50mlを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

(3) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) 水可溶物 1.0%以下

本品1.5gを量り、水30mlを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液20mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、100℃で恒量になるまで乾燥し、重量を量る。

(5) 脂肪 1.5%以下

あらかじめフラスコを100℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、重量を精密に量る。次に本品約2.5gを精密に量り、別の容器に入れ、塩酸(2→3)15mlを加え、直火で穏やかに加熱して溶かした後、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール10mlを加え、リョーリッヒ管に移し、エーテル25mlを加え、1分間激しく振り混ぜる。次に石油エーテル25mlを加え、30秒間激しく振り混ぜた後、放置する。側枝管Aよりとった上層液をろ紙を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに入れる。更にエーテル15ml及び石油エーテル15mlずつを用いて同様の操作を2回繰り返す。上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上でエーテル及び石油エーテルを留去し、残留物を98~100℃で4時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、重量を精密に量る。

[画像1 \(40KB\)](#)

乾燥減量 12.0%以下(100℃, 3時間)

強熱残分 2.5%以下(乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol / l 硫酸1ml = 1.4007mg N

カゼインナトリウム

Sodium Caseinate

含量 本品を乾燥したものは、窒素(N=14.01)14.5~15.8%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 「カゼイン」の確認試験(1)、(2)及び(3)を準用する。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

「カゼイン」の純度試験(1)を準用する。

(2) 液性 pH6.0~7.5

本品1.0gを量り、水50mlを加えた液について測定する。

(3) 重金属 ・Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として $20\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第3法, 装置B)

(5) 脂肪 1.5%以下

「カゼイン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 15.0%以下(100°C, 3時間)

強熱残分 6.0%以下(乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol / l 硫酸1ml = 1.4007mg N

コンドロイチン硫酸ナトリウム

Sodium Chondroitin Sulfate

sodium salt of chondroitin hydrogen sulfite

含量 本品を乾燥したものは、窒素(N=14.01)2.5~3.8%及び硫黄(S=32.07)5.5~7.0%を

含む。

性状 本品は、白～類白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)5mlに塩酸アクリフラビン溶液(1→200)1mlを加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→100)5mlに塩酸1mlを加え、水浴中で10分間加熱し、冷後、塩化バリウム溶液(3→25)1mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品0.10gを量り、水20mlを加え、よく振り混ぜて溶かし、検液とする。

(2) 液性 pH5.5～7.5(1.0g.水100ml)

(3) 塩化物 Clとして0.14%以下

本品50mgを量り、水10mlを加えて溶かし、エタノール15ml及び硝酸(1→10)6mlを加えて振り混ぜた後ろ過する。残留物は、50vol%エタノールで洗い、洗液をろ液に合わせ、更に50vol%エタノールを加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.01mol/l塩酸0.20mlに硝酸(1→10)6ml及び50vol%エタノールを加えて50mlとする。

(4) 無機硫酸塩  $SO_4$  として0.24%以下

本品0.10gを量り、水15mlを加えて溶かし、塩酸1mlを加えてよく振り混ぜる。次に塩化アルミニウム溶液(1→5)2mlを加えてよく振り混ぜ、更にアンモニア試液5mlを少量ずつ振り混ぜながら加えた後、遠心分離する。上澄液を採り、残留物に水5mlを加えて振り混ぜ、遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わせる。更に水5mlを用いて同様の操作を行い、洗液を上澄液に合わせ、塩酸(1→4)を加えて中和し、試料液とする。比較液には0.005mol/l硫酸0.50mlを用いる。

(5) 重金属 Pbとして40  $\mu$ g/g以下(乾燥後0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(6) ヒ素  $As_2O_3$  として4.0  $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 10.0%以下(105°C, 4時間)

強熱残分 23.0～31.0%(乾燥物)

定量法 (1) 窒素 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol/l硫酸1ml=1.4007mg N

(2) 硫黄 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、分解フラスコに入れ、水30mlを加えて溶かした後、塩素酸カリウム5gを加え、更に硝酸30mlを少量ずつ加え、液が約5mlになるまで加熱する。冷後、塩酸25mlを用いて定量的にビーカーに移し、約5mlになるまで水浴上で濃縮する。この液に水100mlを加え、アンモニア試液で中和し、塩酸(1→10)5mlを加え、煮沸しながら塩化バリウム溶液(3→25)5mlを加える。次にビーカーを時計皿で覆い、水を補給しながら水浴上で2時間加熱する。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物は、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量となるまで450～550°Cで強熱し、その重量を精密に量る。

硫黄(S)の含量 = [画像2 \(5KB\)](#)  
× 100 (%)

トリプシン

Trypsin

定義 本品は動物の膵臓、若しくは魚類又は甲殻類の臓器から得られた、たんぱく質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

酵素活性 本品は、1g当たり600,000単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、白～黄褐色の粉末若しくは顆粒又は淡褐色～褐色の液体若しくはペーストである。

#### 純度試験

- (1) 重金属 Pbとして40 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
- (2) 鉛 10 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第1法)
- (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)
- (4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として48%以下

本品1.0gを量り、水を加えて溶かして1.000mlとし、この液50mlを検液とする。比較液は、0.005mol/l硫酸50mlを用いる。

#### 微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は50,000以下である。また大腸菌は認めない。

#### 酵素活性測定法

##### (i) 基質溶液

塩酸N—ベンゾイル—L—アルギニンエチルエステル0.0857gに水を加えて溶かし、正確に100mlとする。この液10mlを正確に量り、リン酸緩衝液(pH7.6)を加えて正確に100mlとする。

##### (ii) 試料溶液

本品5,000～6,000単位に対応する量を精密に量り、0.001mol/l塩酸に溶かし、正確に100mlとする。

##### (iii) 操作法

0.001mol/l塩酸0.20mlを正確に量り、基質溶液3.0mlを加え混和し、水に対照とし、25±0.1℃で波長253nmにおける吸光度が0.050になるように調整する。次に、試料溶液0.20mlを正確に量り、基質溶液3.0mlを加え混和し、同様に吸光度を30秒毎に5分間測定し、時間と吸光度の関係が直線を示す部分より1分間当たりの吸光度の変化( $\Delta A$ )を求め、次式により酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1分間に吸光度を0.003変化させる酵素量を1単位とする。

× 1.000 本品中の酵素活性の単位(単位/g) = [画像3 \(4KB\)](#)

## 粉末ビタミンA

### Dry Formed Vitamin A

**定義** 本品は、ビタミンA脂肪酸エステルを粉末化したもの又はビタミンA油を粉末化したものである。

**含量** 本品は、表示量の90~120%のビタミンAを含む。

**性状** 本品は、淡黄~淡赤褐色の粉末である。

**確認試験** 本品0.5gを乳鉢ですりつぶし、温湯10mlを加え、よくかき混ぜて乳状とし、エタノール10mlを加えて乳化状態をなくす。この液をフラスコに移し、更にn-ヘキサン20mlを加えてよく振り混ぜた後、静置するか、又は遠心分離して二層に分ける。n-ヘキサン層を採り、水20mlを加えてよく振り混ぜて洗い、水層を分離し、n-ヘキサン層を減圧下で蒸発乾固する。残留物にクロロホルムを加えて溶かし、1ml当たりビタミンA約3 $\mu$ gを含むように調製した後、その1mlに三塩化アンチモン試液5mlを加えるとき、液は、青色を呈し、その色は、直ちに退色する。

**純度試験** (1) 変敗 本品は、不快なおいがない。

(2) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液20ml)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下

本品2.0gを量り、分解フラスコに入れ、硝酸20mlを加え、内容物が流動状となるまで弱く加熱する。冷後、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈するときは、冷後、硝酸5mlを追加し、加熱する。この操作を液が無~淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム溶液(1→25)15mlを加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて25mlとし、この液10mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。標準色は、ヒ素標準液8.0mlを量り、分解フラスコに入れ、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

**乾燥減量** 5.0%以下(減圧, 4時間)

**強熱残分** 5.0%以下

**定量法** 本品約5gを精密に量り、少量の温湯を加えてよく振り混ぜて乳状とし、フラスコに入れ、以下「ビタミンA油」の定量法を準用する。

**保存基準** 遮光した密封容器に入れ、保存する。

## ペプシン

### Pepsin

**定義** 本品は、動物又は魚類から得られた、たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

**酵素活性** 本品は、1g当たり110,000単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、弱い吸湿性のある白～淡黄褐色の粉末又は淡黄褐色～褐色のペースト若しくは液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 本品を酢酸緩衝液(pH5.4)に溶かした液(1→500～1,000)は、波長272～278nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして $40\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 装置B)

微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は50,000以下である。また大腸菌は認めない。

酵素活性測定法

(i) 試料溶液

約1.250単位の酵素活性に対応する量の本品を精密に量り、氷冷した $0.01\text{mol/l}$ 塩酸を加え、正確に50mlとする。

(ii) 操作法

約1.250単位の酵素活性に対応する量の含糖ペプシン標準品を精密に量り、氷冷した $0.01\text{mol/l}$ 塩酸を加え、正確に50mlとし、標準溶液とする。氷冷しながら試料溶液及び標準溶液1mlずつをそれぞれ正確に量り、あらかじめ $37\pm 0.5^\circ\text{C}$ で10分間加温したカゼイン試液(pH2.0)5mlずつにそれぞれ加え、直ちに振り混ぜる。これらの液を $37\pm 0.5^\circ\text{C}$ で10分間反応させ、トリクロロ酢酸溶液(7.2→100)5mlを加えて振り混ぜ、再び $37\pm 0.5^\circ\text{C}$ で30分間放置した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。最初の3mlを除いたろ液2mlずつをそれぞれ正確に量り、 $0.55\text{mol/l}$ 炭酸ナトリウム溶液5ml及びフォリン試液溶液(1→3)1mlをそれぞれに加え、 $37\pm 0.5^\circ\text{C}$ で30分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、波長660nmにおける吸光度を測定し、それぞれの吸光度を $A_T$ 及び $A_S$ とする。

別に、試料溶液及び標準溶液1mlずつをそれぞれ正確に量り、トリクロロ酢酸溶液(7.2→100)5mlをそれぞれに加えて振り混ぜる。次に、カゼイン試液(pH2.0)5mlをそれぞれに加え、 $37\pm 0.5^\circ\text{C}$ で30分間放置した後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。最初の3mlを除いたろ液2mlずつをそれぞれ正確に量り、以下同様に操作して、それぞれの吸光度 $A_{TB}$ 及び $A_{SB}$ を測定し、次式により酵素活性を求める。

本品中の酵素活性の単位(単位/g) = [画像4 \(3KB\)](#)

× [画像5 \(1KB\)](#)

ただし、 $U_S$  : 標準溶液1ml中の単位数

$W$  : 試料溶液1ml中の試料の量(g)

別添2

エストラジオール

Estradiol

[画像6 \(19KB\)](#)



本品を乾燥したものは、定量するとき、エストラジオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)97.0～103.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品4mgに硫酸4mLを加えて溶かし、試験溶液とする。試験溶液は帯黄緑色を呈し、緑色のけい光を発する。試験溶液2mLに水2mLを加えるとき、淡とう色に変わる。また、試験溶液2mLに硫酸第二鉄アンモニウム試液1滴を加えるとき、濃緑色となり、水5mLを加えるとき赤色に変わる。

(2) スルファニル酸0.05gに希塩酸2mLを加え、加温して溶かした後、氷水で冷却し、振り動かしながら亜硝酸ナトリウム試液0.3mLを徐々に加え、これに本品1mgを水酸化カリウム溶液(1→10)5mLに溶かした液を加えるとき、液は、濃とう赤色を呈する。

(3) 本品0.05gに水酸化ナトリウム試液8mLを加え、加温して溶かした後、5℃に冷却し、激しく振り混ぜながらエーテル及び塩化ベンゾイルの等容量混液0.7mLを徐々に加え、塩化ベンゾイルのにおいが消えるまで振り混ぜ、生じた沈殿をろ取り、洗液が中性となるまで水で洗った後、エタノール3mLを溶媒として2回再結晶し、105℃で1時間乾燥した後、融点を測定するとき(第1法)、190～196℃である。

融点 173～179℃(第1法)

旋光度  $[\alpha]$  [画像7 \(2KB\)](#)  
: +76～+83°(乾燥後, 0.1g, ジオキサン, 10mL, 100mm)

純度試験(1) エストラジオール3.17 $\alpha$  本品10.0mg及びエストラジオール標準品10.0mgそれぞれにエタノールを加えて溶かし、200mLとし、試験溶液及び標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液2mLをそれぞれ共せん試験管にとり、沸騰石を入れ、水浴上で加熱してエタノールを蒸発し、デシケーター(減圧, 五酸化リン)で1時間乾燥する。それぞれに希鉄・フェノール試液1.0mLを加え、ゆるくせんをして水浴上で30秒間加熱する。水浴上で数秒間振り動かし、更に2分間加熱する。次に2分間氷冷した後、薄めた硫酸(7→20)4.0mLを加えてよく振り混ぜるとき、試験溶液の呈する色は、標準溶液の呈する色より濃くない。

(2) 他のステロイド 本品0.10gをとり、エタノールを加えて溶かし、正確に10mLとし、試験溶液とする。この液1mLを正確に量り、エタノールを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試験溶液及び標準溶液5 $\mu$ Lずつを薄層上にスポットする。次に石油エーテル、エーテル及びシクロヘキサンの混液(3:1:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾し、更に105℃で10分間加熱する。これに薄めた硫酸(3→4)を噴霧した後、105℃で3分間加熱するとき、試験溶液から得た主はん点以外のはん点は標準溶液から得たはん点より濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(0.5g, 減圧, 五酸化リン, 4時間)

強熱残分 0.5%以下(第1法, 0.1g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.05gを精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし100mLとする。

この液5mLに、無水エタノールを加えて50mLとし、層長10mm、波長280nm付近の吸収極大波長で、吸光度Aを測定する。

エストラジオール(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>)の量(mg) = [画像8 \(1KB\)](#)  
 $\times 10000$

## エストロン

Estrone

[画像9 \(18KB\)](#)

$C_{18}H_{22}O_2$  : 270.37

本品を乾燥したものは、定量するとき、エストロン( $C_{18}H_{24}O_2$ )96.0~104.0%を含む。

性状 本品は、白色~微黄色の小結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験(1) 本品0.05gにアセトン2mL及び水酸化ナトリウム試液4mLを加えて溶かした後、塩化ベンゾイル0.5gを加えて激しく振り混ぜる。生じた沈殿をろ取り、洗液が中性となるまで水で洗った後、アセトンを溶媒として2回再結晶し、融点を測定するとき(第1法)、215~222°Cである。

(2) 本品0.05gに塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加え、更にエタノール10mLを加えて溶かし、氷酢酸1mLを加え、還流冷却器を付けて5時間煮沸した後、水10mLを加え、生じた沈殿をろ取り、エタノールを溶媒として2回再結晶し、融点を測定するとき(第1法)、229~233°Cである。

融点 254~262°C(第1法)

旋光度〔α〕 [画像10 \(2KB\)](#)

: +155~+166°(乾燥後, 0.1g, ジオキサン, 10mL, 100mm)

純度試験 他のステロイド エストラジオールの純度試験(2)を準用する。

乾燥減量 0.5%以下(0.5g, 減圧, 五酸化リン, 4時間)

強熱残分 0.5%以下(第1法, 0.1g)

定量法 エストラジオールの定量法を準用する。

エストロン( $C_{18}H_{22}O_2$ )の量(mg) = [画像11 \(2KB\)](#)  
 $\times 10000$

## エチニルエストラジオール

Ethinylestradiol

[画像12 \(21KB\)](#)

$C_{20}H_{24}O_2$  : 296.41

本品を乾燥したものは、定量するとき、エチニルエストラジオール( $C_{20}H_{24}O_2$ )98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験(1) 本品2mgにエタノール及び硫酸の等容量混液1mLを加えて溶かすとき、液は、帯紫赤色を呈し、黄緑色のけい光を発する。この液に注意して水2mLを加えるとき、液は、赤紫色に変わる。

(2) 本品0.02gを共栓試験管にとり、水酸化カリウム溶液(1→20)10mLを加えて溶かし、塩化ベンゾイル0.1gを加えて振り混ぜ、生じた沈殿をろ取し、メタノールを溶媒として再結晶し、デシケーター(減圧、五酸化リン)で乾燥した後、融点を測定するとき(第1法)、200~202°Cである。

融点 180~186°C又は142~146°C(第1法)

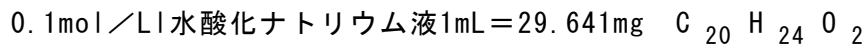
旋光度  $[\alpha]$  [画像13 \(2KB\)](#)  
: -26~-31°(乾燥後, 0.1g, ピリジン, 25mL, 200mm)

純度試験 他のステロイド エストラジオールの純度試験(2)を準用する。

乾燥減量 0.5%以下(0.5g, 減圧, 五酸化リン, 4時間)

強熱残分 0.5%以下(第1法, 0.5g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、テトラヒドロフラン40mLに溶かし、硝酸銀溶液(1→20)10mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。



塩化リゾチーム

Lysozyme Chloride

本品は、卵白から得られた塩基性ポリペプチドで、ムコ多糖分解作用を有する酵素である。

本品を乾燥したものは、定量するとき、窒素(N:14.01)15~18%を含み、またその1mg中塩化リゾチーム0.8mg(力価)以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験(1) 本品の水溶液(1→100)5mLに、ニンヒドリン試液1mLを加え、3分間加熱するとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→100)は、塩化物の定性反応を呈する。

(3) 本品0.01gにpH5.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、100mLとする。この液は、波長 $280 \pm 2\text{nm}$ に極大吸収部を有する。