

ン酸二水素カリウム 3.4 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.7 g を加えて溶かす。

流量：ベルベリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：塩化ベルベリン標準品及び塩化パルマチン 1 mg ずつをメタノールに溶かして 10 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、パルマチン、ベルベリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ベルベリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

複方オキシコドン注射液

Compound Oxycodone Injection

複方ヒコデノン注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、塩酸オキシコドン ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$: 405.87) 0.74 ~ 0.86 w/v% 及び塩酸ヒドロコタルニン ($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$: 275.73) 0.18 ~ 0.22 w/v% を含む。

製法

塩酸オキシコドン	8 g
塩酸ヒドロコタルニン	2 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH: 2.5 ~ 4.0

確認試験

(1) 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる(オキシコドン)。

(2) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は黄色を呈し、加熱するとき、赤色に変わり、次に濃だいたい赤色に変わる(ヒドロコタルニン)。

(3) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 3 mL に溶かし、タンニン酸のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 2 滴を加えて放置するとき、液は濃緑色を呈する(ヒドロコタルニン)。

定量法 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 °C で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 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、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う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸オキシコドン } (C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times 1.1536 \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ヒドロコタルニン } (C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用塩酸ヒドロコタルニンの量 (mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \\ & \quad \times 1.0699 \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

内標準溶液 フェナセチン 0.02 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：285 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 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ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する。この液 300 mL にアセトニトリル 200 mL を加えて混和する。

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、オキシコドン、ヒドロコタルニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

複方オキシコドン・アトロピン注射液

Compound Oxycodone and Atropine Injection

ヒコアト注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、塩酸オキシコドン ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$: 405.87) 0.74 ~ 0.86 w/v%、塩酸ヒドロコタルニン ($C_{12}H_{15}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$: 275.73) 0.18 ~ 0.22 w/v% 及び硫酸アトロピン [$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$: 694.83] 0.027 ~ 0.033 w/v% を含む。

製法

塩酸オキシコドン	8 g
塩酸ヒドロコタルニン	2 g
硫酸アトロピン	0.3 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH: 2.5 ~ 4.0

確認試験

(1) 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エ

タノール試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる（オキシコドン）。

(2) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は黄色を呈し、加熱するとき、赤色に変わり、次に濃だいたい赤色に変わる（ヒドロコタルニン）。

(3) 本品 1 mL を水浴上で蒸発し、残留物を硫酸 3 mL に溶かし、タンニン酸のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 2 滴を加えて放置するとき、液は濃緑色を呈する（ヒドロコタルニン）。

(4) 本品 1 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 0.5 mL を加え、1 時間放置した後、遠心分離する。上澄液をとり、アセトンを沈殿が生じなくなるまで加え、20 分間放置した後、再び遠心分離する。上澄液に液が淡紫色を呈するまで水酸化カリウム試液を加え、ジクロロメタン 5 mL を加えて振り混ぜた後、ジクロロメタン液を分取し、この液 0.5 mL を水浴上で蒸発乾固する。残留物に発煙硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、*N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する（アトロピン）。

定量法

(1) 塩酸オキシコドン及び塩酸ヒドロコタルニン 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用塩酸オキシコドン約 0.4 g 及び 105 °C で 3 時間乾燥した定量用塩酸ヒドロコタルニン約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 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、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う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{ra} 及び Q_{rb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するオキシコドン及びヒドロコタルニンのピーク面積の比 Q_{sa} 及び Q_{sb} を求める。

塩酸ヒドロコタルニン ($C_{12}H_{16}NO_3 \cdot HCl \cdot H_2O$) の量 (mg)

$$= \text{定量用塩酸ヒドロコタルニンの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_{rb}}{Q_{sb}} \times 1.0699 \times \frac{1}{25}$$

塩酸オキシコドン ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot 3H_2O$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した定量用塩酸オキシコドンの量 (mg)} \\ \times \frac{Q_{ra}}{Q_{sa}} \times 1.1536 \times \frac{1}{25}$$

内標準溶液 フェナセチン 0.02 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 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ポリビニルアルコールゲルポリマーを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 500 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整する。この液 300 mL にアセト

ニトリル 200 mL を加えて混和する。

流量：オキシコドンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：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、オキシコドン、ヒドロコタルニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

(2) 硫酸アトロピン 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に薄めた希塩酸 (1 → 10) 10 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、直ちにジクロロメタン 20 mL を加え、激しく振り混ぜた後、ジクロロメタン層を無水硫酸ナトリウム 5 g をのせたる紙を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発乾固する。残留物に 1,2-ジクロロエタン 0.5 mL 及びビストリメチルシリルアセトアミド 0.5 mL を加え、密栓して 60 °C の水浴中で 15 分間加温し、試料溶液とする。別に硫酸アトロピン標準品（別途「硫酸アトロピン」と同様に乾燥減量を測定しておく）約 0.03 g 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、内標準溶液 2 mL を正確に加える。以下試料溶液の調製と同様に操作し、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い、内標準物質のピーク面積に対するアトロピンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

硫酸アトロピン [$(C_{17}H_{23}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$] の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算した硫酸アトロピン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{50} \times 1.0276$$

内標準溶液 臭化水素酸ホマトロピン溶液 (1 → 4000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用 50 % フェニル-メチルシロキサンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 ~ 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素又はヘリウム。

流量：アトロピンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、アトロピンの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

乾燥弱毒生おたふくかぜワクチン

Freeze-dried Live Attenuated Mumps Vaccine

本品は弱毒生ムンプスウイルスを含む乾燥製剤である。

本品は生物学的製剤基準の乾燥弱毒生おたふくかぜワクチンの条に適合する。

性状 本品は溶剤を加えるとき、無色、帯黄色又は帯赤色の