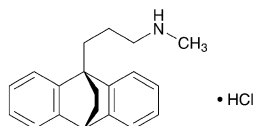


塩酸マプロチリン

Maprotiline Hydrochloride

マプロチリン塩酸塩



$C_{20}H_{23}N \cdot HCl$: 313.86

N-[3-(9,10-Dihydro-9,10-ethanoanthracene-9-yl)propyl]-*N*-methylamine monohydrochloride [10347-81-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸マプロチリン ($C_{20}H_{23}N \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は酢酸 (100) にやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

融点 : 約 244 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 10000) 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、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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品をエタノール (99.5) から再結晶し、結晶をろ取り、乾燥したものにつき、同様の試験を行う。

(3) 本品の水溶液 (1 → 200) 5 mL にアンモニア試液 2 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を呈する。

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 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 200 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (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2-ブタノール/薄めたアンモニア水 (28) (1 → 3) /酢酸エチル混液 (14 : 5 : 4) 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2個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、酢酸

(100) 180 mL に溶かし、硝酸ビスマスの酢酸 (100) 溶液 (1 → 50) 8 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。

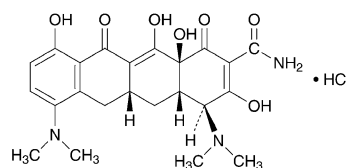
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.386 mg $C_{20}H_{23}N \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ミノサイクリン

Minocycline Hydrochloride

ミノサイクリン塩酸塩



$C_{23}H_{27}N_3O_7 \cdot HCl$: 493.94

(4*S*, 4*aS*, 5*aR*, 12*aS*)-4, 7-Bis(dimethylamino)-1, 4, 4*a*, 5, 5*a*, 6, 11, 12*a*-octahydro-3, 10, 12, 12*a*-tetrahydroxy-1, 11-dioxonaphthacene-2-carboxamide monohydrochloride [13614-98-7]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり、890 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、ミノサイクリン ($C_{23}H_{27}N_3O_7$: 457.48) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は黄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溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくい。

確認試験

(1) 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又は塩酸ミノサイクリ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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (358 nm) : 296 ~ 328 (8 mg, 塩酸のメタノール溶液 (19 → 20000), 500 mL)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 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 2.5 mL を加える (50 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.05 g をとり、移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき、試料溶液調製後、速やかに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量を求めるとき、エビミノサイクリンは 1.2 % 以下であり、ミノサイクリン及

びエピミノサイクリン以外のピークの合計面積は 2.0 % 以下である。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度及び移動相は定量法の試験条件を準用する。

流量: ミノサイクリンの保持時間が約 12 分になるように調整する。この条件で, エピミノサイクリンの保持時間は約 10 分である。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後ろからミノサイクリンの保持時間の約 2.5 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: 塩酸ミノサイクリン標準品 0.05 g をとり, 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 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 5 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積が, システム適合性溶液 20 μ L から得たミノサイクリンのピーク面積の 3 ~ 7% になることを確認する。

システムの再現性: 検出の確認で調製したシステム適合性溶液 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 2.0 % 以下である。

水分 4.3 ~ 8.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸ミノサイクリン標準品約 0.05 g (力価) に対応する量を精密に量り, それぞれを移動相に溶かし, 正確に 100 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 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, それぞれの液のミノサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ミノサイクリン (C}_{23}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{O}_7\text{) の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ &= \text{塩酸ミノサイクリン標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

試験条件

検出器: 紫外分光光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径 4 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シ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: シュウ酸アンモニウム-水和物溶液 (7 \rightarrow 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) をテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液を用いて pH を 6.2 に調整する。

流量: ミノサイクリンの保持時間が約 12 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: 塩酸ミノサイクリン標準品 0.05 g をとり, 水に溶かし 25 mL とする。この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち, 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。

試験の再現性: 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 2.0 % 以下である。

貯法

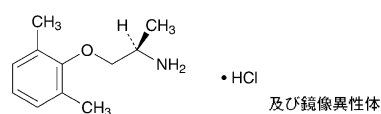
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸メキシレチン

Mexiletine Hydrochloride

メキシレチン塩酸塩



$\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO} \cdot \text{HCl}$: 215.72

(RS)-2-(2,6-Dimethylphenoxy)-1-methylethylamine monohydrochloride [5370-01-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, 塩酸メキシレチン ($\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO} \cdot \text{HCl}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水又はエタノール (95) に溶けやすく, アセトニトリルに溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 \rightarrow 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又は塩酸メキシレチ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, 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乾燥した塩酸メキシレチ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, 本品をエタノール (95) から再結晶し, 結晶をろ取し, 乾燥したのちにつき, 同様の試験を行う。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.8 ~ 5.8 である。

融点 200 ~ 204 $^{\circ}$ C

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 2.0 g をとり, 第 1 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)。