

さい炎で融解するまで加熱し、更に 2～3 秒間加熱する。これに水 0.5 mL を加えた後、希塩酸を加えて酸性とし、加温するとき、発生するガスは潤したヨウ素酸カリウムデンプン紙を青変する。

(3) 本品につき、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メシル酸デフェロキサミ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。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5～5.5 である。

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～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL を加える (0.032 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.040 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 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 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→10) を用いる (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。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、試料溶液のデフェロキサミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のデフェロキサミンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 20 cm のステンレス管に 10 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 1.32 g、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.37 g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.08 g を水 950 mL に溶かす。この液にリン酸を加えて pH を 2.8 に調整した液 800 mL をとり、2-プロパノール 100 mL を加える。

流量：デフェロキサミンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.016 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 4 mg を移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、デフェロキサミン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たデフェロキサミン

のピーク高さが 5～20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からデフェロキサミンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 2.0 % 以下 (0.2 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びメシル酸デフェロキサミン標準品 (別途本品と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.06 g ずつを精密に量り、それぞれを水 20 mL に溶かし、0.05 mol/L 硫酸試液 10 mL を正確に加え、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液 5 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 0.2 mL を正確に加え、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、塩化鉄 (III) 試液 0.2 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 50 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 430 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

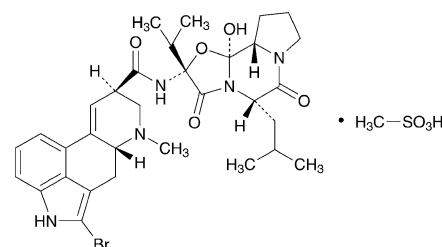
メシル酸デフェロキサミン ($C_{26}H_{46}N_6O_8 \cdot CH_3O_3S$) の量 (mg)
= 脱水物に換算したメシル酸デフェロキサミン標準品の量 (mg)
 $\times \frac{A_T}{A_S}$

貯法 容器 気密容器。

メシル酸ブロモクリプチン

Bromocriptine Mesilate

ブロモクリプチンメシル酸塩



$C_{32}H_{40}BrN_5O_8 \cdot CH_3O_3S$: 750.70

(5'S)-2-Bromo-12'-hydroxy-5'-isobutyl-2'-

isopropylergotaman-3',6',18-trione monomethanesulfonate

[22260-51-1]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メシル酸ブロモクリプチン ($C_{32}H_{40}BrN_5O_8 \cdot CH_3O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微帯黄白色又は微帯褐色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、無水酢酸、ジクロロメタン又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 2 mg をメタノール 1 mL に溶かし、4-ジメチ

ルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は帯紫青色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(3 → 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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト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。

(4) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +95 ~ +105° [乾燥物に換算したもの 0.1 g, メタノール/ジクロロメタン混液(1:1), 10 mL, 100 mm].

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 塩化コバルト(Ⅱ)の色と比較原液 2.5 mL, 塩化鉄(Ⅲ)の色と比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅(Ⅱ)の色と比較原液 1.0 mL をとり、薄めた塩酸(1 → 40)を加えて正確に 100 mL とする。

(2) 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)。

(3) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール/クロロホルム混液(1:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確にとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液(1)とする。この液 10 mL を正確にとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液(2)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、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μL 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 1 cm の帯状にスポットする。直ちにジクロロメタン/1,4-ジオキサン/エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(1800:150:50:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を減圧で 30 分間乾燥する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後、薄層板をガラス板で覆い観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく、かつ主スポット以外のスポットのうち標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは、1 個以下である。

乾燥減量 3.0 % 以下(1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 80 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(7:1) 80 mL に溶かし、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 = 75.07 mg $C_{22}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_3O_3S$

貯法

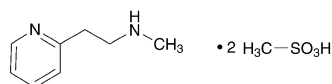
保存条件 遮光して、-18 °C 以下で保存する。

容器 気密容器

メシル酸ベタヒスチン

Betahistine Mesilate

ベタヒスチンメシル酸塩



$C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_3O_3S$: 328.41

N-Methyl-*N*-[2-(pyridin-2-yl)ethyl]amine

dimethanesulfonate [5638-76-6, ベタヒスチン]

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸ベタヒスチン($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_3O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 → 10) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 15 mL 及びクロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水 10 mL で洗った後、クロロホルム層をとり、試料溶液とする。試料溶液 5 mL をとり、加温しながら減圧で溶媒を留去し、残留物を水 1 mL に溶かし、これにアセトアルデヒド 1 mL 及びベンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色～青紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L メタンスルホン酸試液溶液(1 → 20000)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。

(3) 本品 0.03 g に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよくかき混ぜ、徐々に強熱する。冷後、残留物に希塩酸 2 mL 及び水 10 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

融点 110 ~ 114 °C (乾燥後)。

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) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.014 % 以下)。

(3) 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 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。