

確認試験

本品の表示量に従い「メチル硫酸ネオスチグミン」5 mg に対応する容量をとり、必要ならば水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。

エンドトキシン 5 EU/mg 未満。

定量法 本品を試料溶液とする。別にメチル硫酸ネオスチグミン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。以下「メチル硫酸ネオスチグミン」の定量法を準用する。

$$\text{メチル硫酸ネオスチグミン (C}_{13}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_6\text{S) の量 (mg)} \\ = \text{メチル硫酸ネオスチグミン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

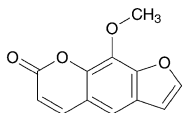
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

メトキサレン

Methoxsalen



C₁₂H₈O₄ : 216.19

9-Methoxy-7H-furo[3,2-g]chromen-7-one [298-81-7]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メトキサレン (C₁₂H₈O₄) 98.0 ~ 102.0 % 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、におい及び味はない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希硝酸 5 mL を加え、加熱するとき、液は黄色を呈する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) を加えてアルカリ性とするとき、液の色は赤褐色に変わる。

(2) 本品 0.01 g に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は黄色を呈する。

(3) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 200000) 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メトキサレ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、同一波長のところで同様の強度の吸収を認める。

融点 145 ~ 149 °C

純度試験

(1) **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)。

(2) **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 (2 ppm 以下)。

(3) **類縁物質** 本品 0.050 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 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 5 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。次にクロロホルム/ヘキサン/酢酸エチル混液 (40 : 10 : 3) 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 0.5 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びメトキサレン標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 25 mL とする。更に、これらの液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 50 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メトキサレンの量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したメトキサレン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

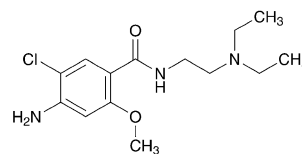
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

メトクロプラミド

Metoclopramide



C₁₄H₂₂ClN₃O₂ : 299.80

4-Amino-5-chloro-N-(2-diethylaminoethyl)-2-methoxybenzamide [364-62-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、メトクロプラミド (C₁₄H₂₂ClN₃O₂) 99.0 % 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。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、エタノール (95)、無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.01 g に希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、この液 5 mL にドラージェンドルフ試液 1 mL を加えるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かした後、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、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。

融点 146 ~ 149 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(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。比較液は鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 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 1-ブタノール/アンモニア水 (28) 混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 °C で 30 分間乾燥する。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、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)。

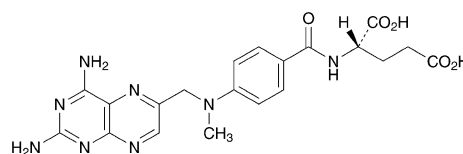
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を加えて溶かし、無水酢酸 5 mL を加え、5 分間加温する。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.980 mg C₁₄H₂₂ClN₅O₂

貯法 容器 密閉容器。

メトトレキサート

Methotrexate



C₂₀H₂₂N₈O₅ : 454.44

N-(4-[*N*-(2,4-Diaminopteridin-6-ylmethyl)-*N*-methylamino]benzoyl)-L-glutamic acid [59-05-2]

本品は 4-アミノ-10-メチル葉酸及び近縁化合物の混合物で、定量するとき、換算した脱水物に対し、メトトレキサート (C₂₀H₂₂N₈O₅) 94.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄褐色の結晶性の粉末である。

本品はピリジンに溶けにくく、水、アセトニトリル、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希水酸化ナトリウム試液又は希炭酸ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 1 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かした液につき、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メトトレキサート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トトレキサート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。

水分 水分測定用ピリジン 5 mL 及び水分測定用メタノール 20 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試液で終点まで滴定する。次に本品約 0.2 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量的水分測定用試液の一定量を加え、30 分間かき混ぜた後、試験を行うとき、水分は 12.0 % 以下である。

強熱残分 0.10 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びメトトレキサート標準品約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 250 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 10 μL 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う。それぞれの液のメトトレキサートのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

メトトレキサート (C₂₀H₂₂N₈O₅) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したメトトレキサート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 302 nm)