

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と同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

融点 149 ~ 152 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (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 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 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。次にクロロホルム/アセトン混液(5:2)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。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する(電位差滴定法)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に水 13 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL  
= 38.288 mg C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>

貯法 容器 密閉容器。

## メフルシド錠

Mefruside Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するメフルシド (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>: 382.88) を含む。

製法 本品は「メフルシド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メフルシド」0.3 g に対応する量を取り、熱メタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水 25 mL を加え、氷冷して 30 分間放置する。生じた白色沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 149 ~ 152 °C である。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「メフルシド」0.01 g に対応する量を取り、メタノール 70 mL を加え、15 分間

強く振り混ぜ、メタノールを加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液につき、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 274 ~ 278 nm 及び 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法の第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、定量分析用ろ紙(5種 C)でろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用メフルシドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.070 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、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、層長 5 cm で波長 285 nm における吸光度 *A<sub>T</sub>* 及び *A<sub>S</sub>* を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

メフルシド (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$   
*W<sub>s</sub>*: 定量用メフルシドの量 (mg)  
*C*: 1 錠中のメフルシド (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>) の表示量 (mg)

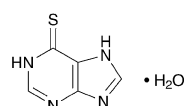
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メフルシド (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>) 約 0.065 g に対応する量を精密に量り、メタノール 70 mL を加えて、15 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用メフルシドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 285 nm における吸光度 *A<sub>T</sub>* 及び *A<sub>S</sub>* を測定する。

メフルシド (C<sub>13</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>) の量 (mg)  
= 定量用メフルシドの量 (mg) ×  $\frac{A_T}{A_S}$

貯法 容器 気密容器。

## メルカプトプリン

Mercaptopurine



C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>S · H<sub>2</sub>O: 170.19

1, 7-Dihydro-6*H*-purine-6-thione monohydrate  
[6112-76-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メルカプトプリン (C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>S: 152.18) 98.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

#### 確認試験

(1) 本品 0.6 g を水酸化ナトリウム溶液 (3 → 100) 6 mL に溶かし、激しくかき混ぜながらヨードメタン 0.5 mL を徐々に加え、更に 10 分間よくかき混ぜた後、氷冷し、酢酸 (31) を滴加して pH を約 5 に調整する。次に析出した結晶をろ取し、水から再結晶し、120 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 218 ~ 222 °C (分解) である。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (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。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.05 g を希塩酸 10 mL に溶かし、塩化バリウム試液 5 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は混濁しない。

(3) 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)。

(4) ヒポキサンチン 本品 0.050 g をとり、アンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にヒポキサンチン 5.0 mg をとり、アンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) に溶かし、正確に 100 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。次にメタノール/クロロホルム/ギ酸 *n*-ブチル/アンモニア水 (28) 混液 (8 : 6 : 4 : 1) 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、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより大きくなり、かつ濃くない。

(5) リン 本品 0.20 g をるつぽにとり、薄めた硫酸 (3 → 7) 2 mL を加え、穏やかに加熱しながら内容物が無色になるまで硝酸 0.5 mL ずつを徐々に滴加した後、ほとんど蒸発するまで加熱する。冷後、残留物を水 10 mL に溶かし、25 mL のメスフラスコに移し、るつぽを水 4 mL ずつで 2 回洗い、洗液を合わせ、試料溶液とする。別にリン酸二水素カリウム 0.4396 g を水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2.0 mL を量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2.0 mL を 25 mL のメスフラスコにとり、水 16 mL を加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液に薄めた硫酸 (3 → 7) 1 mL、硝酸 0.5 mL、モリブデン酸アンモニウム試液 0.75 mL、1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とし、5 分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視

吸光度測定法により試験を行うとき、波長 750 nm における試料溶液から得た液の吸光度は、標準溶液から得た液の吸光度より大きくない。

水分 10.0 ~ 12.0 % (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

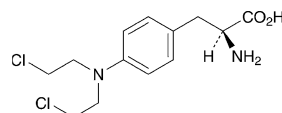
定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 90 mL に水 15 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL  
= 15.218 mg C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>N<sub>4</sub>S

貯法 容器 密閉容器。

## メルファラン

Melphalan



C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> : 305.20

4-Bis(2-chloroethyl)amino-L-phenylalanine [148-82-3]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メルファラン (C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 93.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

旋光度 [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : 約 -32° (乾燥物に換算したもの 0.50 g, メタノール, 100 mL, 100 mm)。

#### 確認試験

(1) 本品 0.02 g にメタノール 50 mL を加え、加温して溶かし、4-(4-ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物を温メタノール 1 mL に溶かし、アンモニア水 (28) 2 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、希硝酸を加えて酸性とし、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 → 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。

#### 純度試験

(1) 分解産生塩化物 本品約 0.5 g を精密に量り、薄めた硝酸 (1 → 40) 80 mL に溶かし、2 分間かき混ぜた後、電位差滴定法により 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定するとき、その消費量は本品 0.50 g につき 1.0 mL 以下である。