

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

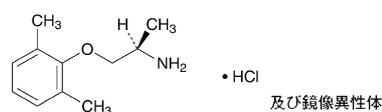
保存条件 遮光して保存する。

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)。

(3) 類縁物質 本品 0.020 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。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、試料溶液から得たメキシレチンのピーク以外のピークのそれぞれのピーク面積は、標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は、定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たメキシレチンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：メキシレチンの保持時間の約 3 倍の範囲、ただし、溶媒のピークは除く。

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 本品及び塩酸メキシレチン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 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 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い、内標準物質のピーク面積に対するメキシレチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{塩酸メキシレチン (C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ = \text{塩酸メキシレチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 塩酸フェネチルアミンの移動相溶液 (3 → 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に約 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 3 g を水 600 mL に溶かし、アセトニトリル 420 mL を加える。

流量：メキシレチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、メキシレチンの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法

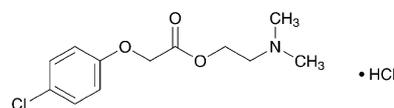
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸メクロフェノキサート

Meclofenoxate Hydrochloride

メクロフェノキサート塩酸塩



$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClNO}_3 \cdot \text{HCl}$: 294.17

2-Dimethylaminoethyl 4-chlorophenoxyacetate monohydrochloride [3685-84-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸メクロフェノキサート ($\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClNO}_3 \cdot \text{HCl}$) 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、わずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水又はエタノール (95) に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール (95) 2 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、塩酸ヒドロキシアノンモニウムの飽和エタノール (95) 溶液 2 滴及び水酸化カリウムの飽和エタノール (95) 溶液 2 滴を加え、水浴中で 2 分間加熱する。冷後、希塩酸を加えて弱酸性とし、塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は赤紫色~暗紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 2 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (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。

(4) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 139 ~ 143 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(4) 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)。

(5) 有機酸 本品 2.0 g をとり、ジエチルエーテル 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過し、残留物はジエチルエーテル 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に中和エタノール 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき、その消費量は