

塩化ナトリウムを 1 mL につき 0.3 g の割合で加え、次にジエチルエーテル 20 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加え、振り混ぜて抽出する。更にジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出し、全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 5 g を加え、脱脂綿を用いてろ過し、ジエチルエーテル 5 mL ずつで 3 回洗う。洗液をろ液に合わせ、希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後、加温しながら窒素を送りジエチルエーテルを留去する。残留液に水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にマレイン酸エルゴメトリン標準品をデシケーター（シリカゲル）で 4 時間乾燥し、その約 2 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、以下「マレイン酸エルゴメトリン」の定量法を準用する。

$$\text{マレイン酸エルゴメトリン} (\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4) \text{の量 (mg)} \\ = \text{マレイン酸エルゴメトリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

#### 貯 法

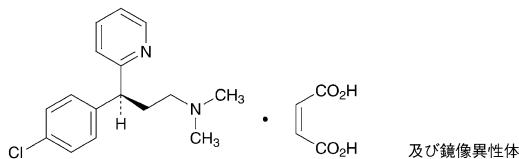
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容 器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

### マレイン酸クロルフェニラミン

Chlorpheniramine Maleate

クロルフェニラミンマレイン酸塩



$\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4 : 390.86$

$N-[{(RS)}-3-(4-Chlorophenyl)-3-pyridin-2-ylpropyl]-N,N-dimethylamine monomaleate [113-92-8]$

本品を乾燥したものは定量するとき、*dl*-マレイン酸クロルフェニラミン ( $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の微細な結晶で、においはなく、味は苦い。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品 1 mg を水 5 mL に溶かし、ドライゲンドルフ試液 2 mL を加え、振り混ぜるとき、赤だいだい色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア水 (28) 2 mL を加え、クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出し、水層を分取し、蒸発乾固した後、残留物に希硫酸約 1.5 mL 及び水 5 mL を加え、ジエチルエーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、約

35 °C の水浴中で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発して得た残留物の融点は 128 ~ 136 °C である。

(3) 本品を乾燥し、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。

吸 光 度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (265 nm) : 210 ~ 220 (乾燥後, 5 mg, 0.25 mol/L 硫酸, 250 mL).

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

融 点 130 ~ 135 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 硫酸呈色物 本品 0.025 g をとり、試験を行うとき、液は呈色しない。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 2 mL に溶かし、試料溶液とする。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 50 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 2  $\mu\text{L}$  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スポットする。次に酢酸エチル/メタノール/希酢酸混液 (5:3:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドライゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、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) 20 mL に溶かし、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)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるとする。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 = 19.543 mg  $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。