

クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は(5)の試験に用いる〕。クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物をメタノール 20 mL に溶かし、この液を 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25) 10 mL に加えて 4 時間放置する。結晶をろ取し、少量のメタノールで洗った後、105°C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 237 ~ 244°C (分解) である。

(3) 本品の水溶液(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 1 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。また、この液 10 mL に水 30 mL を加えた液につき、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 2 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) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

(5) (2) の水層を蒸発乾固した後、残留物に希硫酸 1 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。

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 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(10 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)。

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 0.5 g を精密に量り、酢酸(100) 70 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 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるとときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ & = 31.806 \text{ mg } C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4 \end{aligned}$$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

### マレイン酸ペルフェナジン錠

Perphenazine Maleate Tablets

ペルフェナジンマレイン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するマレイン酸ペルフェナジン( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ : 636.11)を含む。

製法 本品は「マレイン酸ペルフェナジン」をとり、錠剤の製法により製する。

#### 確認試験

(1) 本品は粉末とし、表示量に従い「マレイン酸ペルフェ

ナジン」0.04 g に対応する量をとり、希塩酸 3 mL 及び水 30 mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液にアンモニア水(28) 3 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は(4)の試験に用いる〕。全クロロホルム抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 2 回洗い、クロロホルム層を分取する。このクロロホルム抽出液 6 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき「マレイン酸ペルフェナジン」の確認試験(1)を準用する。

(2) (1) のクロロホルム抽出液 20 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物をメタノール 20 mL に溶かし、必要ならばろ過する。ろ液を加温し、これに 2,4,6-トリニトロフェノールの温メタノール溶液(1→25) 5 mL を加えて 4 時間放置し、以下「マレイン酸ペルフェナジン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 定量法のろ液 2 mL に水を加えて 50 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するとき、波長 253 ~ 257 nm 及び 303 ~ 313 nm に吸収の極大を示す。

(4) (1) の水層をとり、必要ならばろ過する。ろ液を約 5 mL となるまで蒸発し、希硫酸 2 mL を加え、ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する。全ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を硫酸試液 5 mL に溶かし、過マンガン酸カリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えて崩壊させた後、メタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜ、更に水を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液  $x$  mL を正確に量り、1 mL 中にマレイン酸ペルフェナジン( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 約 6  $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V$  mL とし、試料溶液とする。別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 3 mL、メタノール 10 mL 及び水を加えて正確に 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い、波長 255 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{マレイン酸ペルフェナジン} (C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用マレイン酸ペルフェナジンの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{50} \times \frac{1}{x} \end{aligned}$$

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。マレイン酸ペルフェナジン( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 約 0.04 g に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて強く振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別に定量用マレイン酸ペルフェナジンを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 15 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL と

する。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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い、波長 255 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_s$  を測定する。

$$\text{マレイン酸ペルフェナジン} (\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClN}_3\text{OS} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4) \text{の量 (mg)} \\ = \text{定量用マレイン酸ペルフェナジンの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_s}$$

#### 貯 法

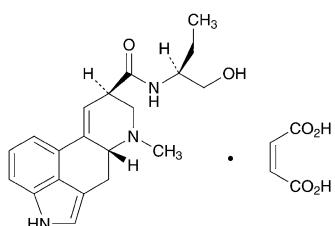
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

### マレイン酸メチルエルゴメトリン

Methylergometrine Maleate

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩



$\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4 : 455.50$

(8S)-9,10-Didehydro-N-[(1S)-1-(hydroxymethyl)propyl]-6-methylergoline-8-carboxamide monomaleate [7054-07-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸メチルエルゴメトリン ( $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) 95.0 ~ 105.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に黄色となる。

融点：約 190 °C (分解)。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 200) は青色の蛍光を発する。  
(2) 定量法で得た呈色液は深青色を呈し、この液につき、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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。  
旋 光 度  $[\alpha]_D^{25} : +44 \sim +50^\circ$  (乾燥後, 0.1 g, 水, 20 mL, 100 mm).

純度試験 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 8 mg をエタノール (95) / アンモニア水 (28) 混液 (9:1) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) / アンモニア水 (28) 混液 (9:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、直ちに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し、直ちにクロロホルム / メタノール / 水混液 (75:25:3) を展開浴媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 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 2.0 % 以下 (0.2 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

定 量 法 本品を乾燥し、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 0.01 g ずつを精密に量り、水に溶かし、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 2 mL ずつを正確に量り、それぞれを褐色の共栓試験管にとり、氷冷しながら 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (III) 試液 4 mL を正確に加え、45 °C で 10 分間加温した後、室温で 20 分間放置する。これらの液につき、水 2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、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 545 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_s$  を測定する。

マレイン酸メチルエルゴメトリン ( $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) の量 (mg)

$$= \text{マレイン酸エルゴメトリン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_s} \times 1.0318$$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

### マレイン酸メチルエルゴメトリン錠

Methylergometrine Maleate Tablets

メチルエルゴメトリンマレイン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するマレイン酸メチルエルゴメトリン ( $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4 : 455.50$ ) を含む。

製 法 本品は「マレイン酸メチルエルゴメトリン」をとり、錠剤の製法により製する。

#### 確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液は青色の蛍光を発する。

(2) 定量法で得た呈色液は深青色を呈し、この液につき、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 543 ~ 547 nm 及び 620 ~ 630 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個を褐色の共栓遠心沈殿管にとり、水 10 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜ、崩壊させた後、塩化ナトリウム 3 g 及びアンモニア水 (28) 2 mL を加える。次にクロロホルム 25 mL を正確に加え、10 分間激しく振り混ぜた後、5 分間遠心分離して水層を除く。クロロホルム抽出液を分取し、1 mL 中にマレイン酸メチルエルゴメトリン ( $\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) 約 5 μg を含む液となるようにクロロホルムを加えて正確に V 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 1.25 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL