

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.596 mg C<sub>33</sub>H<sub>37</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S

### 貯 法

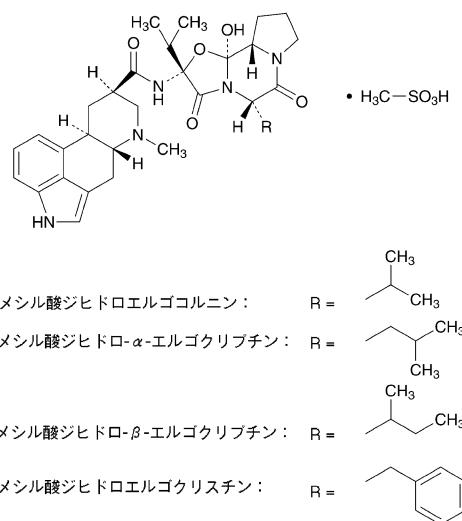
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

## メシル酸ジヒドロエルゴトキシン

Dihydroergotoxine Mesilate

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩



メシル酸ジヒドロエルゴコルニン

C<sub>31</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 659.79

(5'S, 10R)-9, 10-Dihydro-12'-hydroxy-2', 5'-diisopropylergotaman-3', 6', 18-trione monomethanesulfonate

メシル酸ジヒドロ-α-エルゴクリプチン

C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 673.82

(5'S, 10R)-9, 10-Dihydro-12'-hydroxy-2'-isopropyl-5'-(2-methylpropyl)ergotaman-3', 6', 18-trione monomethanesulfonate

メシル酸ジヒドロ-β-エルゴクリプチン

C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 673.82

(5'S, 10R)-9, 10-Dihydro-12'-hydroxy-2'-isopropyl-5'-(1-methylpropyl)ergotaman-3', 6', 18-trione monomethanesulfonate

メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン

C<sub>35</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 707.84

(5'S, 10R)-5'-Benzyl-9, 10-dihydro-12'-hydroxy-2'-isopropylergotaman-3', 6', 18-trione monomethanesulfonate [8067-24-1, メシル酸ジヒドロエルゴトキシン]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メシル酸ジヒドロエルゴトキシン[メシル酸ジヒドロエルゴコルニン(C<sub>31</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S), メシル酸ジヒドロ-α-エルゴクリプチン(C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S), メシル酸ジヒドロ-β-エルゴクリプチン(C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) 及びメシル酸ジヒドロエルゴクリスチン(C<sub>35</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) の混合物]を 97.0 ~ 103.0 % 含み、メシル酸ジヒドロエルゴコルニン

(C<sub>31</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S), メシル酸ジヒドロエルゴクリプチン(C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) 及びメシル酸ジヒドロエルゴクリスチン(C<sub>35</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) の相対含量はそれぞれ 30.3 ~ 36.3 % である。また、メシル酸ジヒドロ-α-エルゴクリプチン(C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) とメシル酸ジヒドロ-β-エルゴクリプチン(C<sub>32</sub>H<sub>43</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub> • CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) の相対含量比は 1.5 ~ 2.5 : 1 である。

性 状 本品は白色~淡黄色の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水、アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験 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考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。

旋 光 度 [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +11.0 ~ +15.0 ° (脱水物に換算したもの 0.2 g, 希エタノール, 20 mL, 100 mm).

### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液よりも濃くない。

比較液：塩化コバルト(II)の色の比較原液 1.0 mL に硫酸銅(II)の色の比較原液 0.4 mL 及び塩化鉄(III)の色の比較原液 2.4 mL に薄めた塩酸(1 → 40)を加えて正確に 200 mL とする。

(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。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.100 g を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)に溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用メシル酸ジヒドロエルゴクリスチン 0.010 g を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 6 mL, 4 mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り、クロロホルム/メタノール混液(9 : 1)を加えて、それぞれ正確に 10 mL とし、標準溶液(1), (2) 及び (3) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ法により試験を行う。ただし、展開用容器にろ紙を入れない。試料溶液、標準溶液(1), (2) 及び (3) 5 μL 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。次にジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)混液(50 : 50 : 3 : 1)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を冷風で乾燥し、直ちに新たに調製したジクロロメタン/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)混液(50 : 50 : 3 : 1)を展開溶媒とし再び約 15 cm 展開した後、薄層板を 1 分以内に冷風で乾燥させる。これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し、冷風で 2 分以内に乾燥し、次に 40 °C で 15 分間加熱するとき、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(1)から得たスポットより濃くなく、標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下で、かつ標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である。

水 分 5.0 % 以下(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

## 定量法

(1) メシル酸ジヒドロエルゴトキシン 本品及びメシル酸ジヒドロエルゴトキシン標準品約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液(3:1)に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、水/アセトニトリル混液(3:1)で 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 20 μL 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。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン、ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチン、ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め、次式によりメシル酸ジヒドロエルゴトキシンの量を求める。

メシル酸ジヒドロエルゴトキシンの量(mg)

$$\begin{aligned} &= \text{脱水物に換算したメシル酸ジヒドロエルゴトキシン標準品の量(mg)} \\ &\times \frac{M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}}{M_{SA} + M_{SB} + M_{SC} + M_{SD}} \end{aligned}$$

$M_{TA}$ : 内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比 × 659.80

$M_{TB}$ : 内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンのピーク面積の比 × 673.83

$M_{TC}$ : 内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比 × 707.85

$M_{TD}$ : 内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチンのピーク面積の比 × 673.83

$M_{SA}$ : 内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比 × 659.80

$M_{SB}$ : 内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンのピーク面積の比 × 673.83

$M_{SC}$ : 内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比 × 707.85

$M_{SD}$ : 内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチンのピーク面積の比 × 673.83

内標準溶液 クロラムフェニコール 0.04 g を水/アセトニトリル混液(3:1)に溶かし、250 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長: 280 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(30:10:1)

流量：クロラムフェニコールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロラムフェニコール、ジヒドロエルゴコルニン、ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチン、ジヒドロエルゴクリスチン、ジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチンの順で溶出し、ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度が 1.5 以上のものを用いる。

(2) メシル酸ジヒドロエルゴコルニン、メシル酸ジヒドロ

エルゴクリプチン、メシル酸ジヒドロエルゴクリスチンの相対含量 定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムよりメシル酸ジヒドロエルゴコルニン、メシル酸ジヒドロエルゴクリプチン(メシル酸ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンとメシル酸ジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチン)及びメシル酸ジヒドロエルゴクリスチンの相対含量を以下の式に従い求める。

$$\text{メシル酸ジヒドロエルゴコルニンの相対含量 (\%)} = \frac{M_{TA}}{M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}} \times 100$$

$$\text{メシル酸ジヒドロエルゴクリプチンの相対含量 (\%)} = \frac{M_{TB} + M_{TD}}{M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}} \times 100$$

$$\text{メシル酸ジヒドロエルゴクリスチンの相対含量 (\%)} = \frac{M_{TC}}{M_{TA} + M_{TB} + M_{TC} + M_{TD}} \times 100$$

(3) メシル酸ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンのメシル酸ジヒドロ- $\beta$ -エルゴクリプチンに対する含量比 定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める。

メシル酸ジヒドロ- $\alpha$ -エルゴクリプチンの

$$\begin{aligned} &\text{メシル酸ジヒドロ-}\beta\text{-エルゴクリプチンに対する含量比} \\ &= \frac{M_{TB}}{M_{TD}} \end{aligned}$$

## 貯法

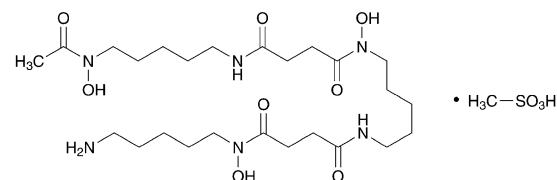
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## メシル酸デフェロキサミン

Deferoxamine Mesilate

デフェロキサミンメシル酸塩



$C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S : 656.79$

$N-[5-(Acetylhydroxyamino)pentyl]-N'-(5-[3-[5-(aminopentyl)hydroxycarbamoyl]propanoylamino]pentyl)-N'-hydroxysuccinamide monomethanesulfonate [138-14-7]$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メシル酸デフェロキサミン( $C_{25}H_{48}N_6O_8 \cdot CH_4O_3S$ ) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール(99.5)、2-プロパンール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 147 °C (分解)。

## 確認試験

(1) 本品の水溶液(1→500) 5 mL に塩化鉄(III)試液 1 滴を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム 0.2 g を加え、小