

ルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は帯紫青色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(3→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。

(3) 本品につき、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。

(4) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

**旋光度**  $[\alpha]_D^{20} : +95 \sim +105^\circ$  [乾燥物に換算したもの 0.1 g, メタノール/ジクロロメタン混液(1:1), 10 mL, 100 mm].

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液 2.5 mL、塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 6.0 mL 及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液 1.0 mL をとり、薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に 100 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 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール/クロロホルム混液(1:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確にとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液(1)とする。この液 10 mL を正確にとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液(2)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、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10  $\mu$ 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 1 cm の帯状にスポットする。直ちにジクロロメタン/1,4-ジオキサン/エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(1800:150:50:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を減圧で 30 分間乾燥する。これに噴霧用ドライガンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後、薄層板をガラス板で覆い観察するとき、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、かつ主スポット以外のスポットのうち標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは、1 個以下である。

**乾燥減量** 3.0 % 以下(1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 80 °C, 5 時間)。

**強熱残分** 0.10 % 以下(1 g)。

**定量法** 本品約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(7:1) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。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 = 75.07 mg C<sub>32</sub>H<sub>40</sub>BrN<sub>5</sub>O<sub>5</sub> · CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S

#### 貯 法

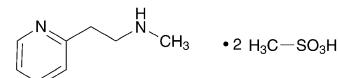
保存条件 遮光して、-18 °C 以下で保存する。

容 器 気密容器。

## メシル酸ベタヒスチン

Betahistine Mesilate

ベタヒスチンメシル酸塩



C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> · 2CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S : 328.41

N-Methyl-N-[2-(pyridin-2-yl)ethyl]amine dimethanesulfonate [5638-76-6, ベタヒスチン]

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸ベタヒスチ  
ン(C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> · 2CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S) 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、においはない  
か、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液(1→10) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 15 mL 及びクロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水 10 mL で洗った後、クロロホルム層をとり、試料溶液とする。試料溶液 5 mL をとり、加温しながら減圧で溶媒を留去し、残留物を水 1 mL に溶かし、これにアセトアルデヒド 1 mL 及びベンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色～青紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L メタンスルホン酸試液溶液(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。

(3) 本品 0.03 g に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよくかき混ぜ、徐々に強熱する。冷後、残留物に希塩酸 2 mL 及び水 10 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、ろ液に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**融 点** 110 ~ 114 °C (乾燥後)。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第4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) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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  $\mu$ 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。次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (40 : 10 : 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。これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき、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 1.0 % 以下 (1 g, 酸化リン (V), 減圧, 70 °C, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

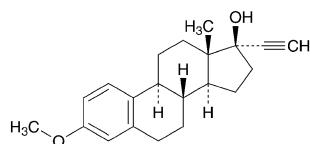
定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 1 mL に溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.420 mg C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> · 2CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S

貯 法 容 器 気密容器。

## メストラノール

Mestranol



C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub> : 310.43

3-Methoxy-19-nor-17 $\alpha$ -pregna-1,3,5(10)-trien-20-yn-17-ol  
[72-33-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、メストラノール (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>2</sub>) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはなほ。

本品はクロロホルムに溶けやすく、1,4-ジオキサンにやや溶けやすく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸/エタノール (99.5) 混液 (2 : 1) 1 mL に溶かすとき、液は赤紫色を呈し、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品のエタノール (99.5) 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又はメストラノール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。

(3) 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メストラノール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。

旋 光 度  $[\alpha]_D^{20} : +2 \sim +8^\circ$  (乾燥後、0.2 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融 点 148 ~ 154 °C

### 純度試験

(1) 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)。

(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) 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 20 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 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  $\mu$ 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。次にクロロホルム/エタノール (99.5) 混液 (29 : 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。これに薄めた硫酸 (1 → 5) を均等に噴霧した後、105 °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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びメストラノール標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 279 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>s</sub> を測定する。

$$\text{メストラノール (C}_{21}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ = \text{メストラノール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_s}{A_T}$$

### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。