

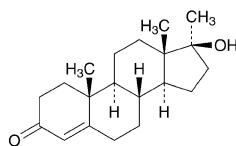
確に量り、それぞれに 2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、20 ± 0.5°C に 20 分間放置する。これらの液につき、2,4,6-トリニトロフェノール・エタノール試液 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 495 nm における吸光度を 5 分ごとに測定し、それぞれの最大値 A_T 及び A_S を求めること。

$$\begin{aligned} \text{メチルジゴキシン } (\text{C}_{42}\text{H}_{66}\text{O}_{14} \cdot \frac{1}{2} \text{C}_3\text{H}_6\text{O}) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{ 脱水物に換算したメチルジゴキシン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯 法 容 器 気密容器

メチルテストステロン

Methyltestosterone



$\text{C}_{20}\text{H}_{30}\text{O}_2 : 302.45$

17 β -Hydroxy-17 α -methylandrostan-4-en-3-one [58-18-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、メチルテストステロン ($\text{C}_{20}\text{H}_{30}\text{O}_2$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、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 1 mg をキサントヒドロールの酢酸 (100) 溶液 (1 → 200) 2 mL に溶かし、硫酸 0.2 mL を加え、水浴中で 20 分間加熱し、冷後、水 6 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜると、クロロホルム層は緑色を呈する。このクロロホルム層をとり、薄めた硫酸 (4 → 5) 5 mL を加えて振り混ぜると、液の色は変化しない。

(2) 本品 0.02 g をメタノール 5 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かした液 3.5 mL を加え、還流冷却器を付け、2 時間煮沸した後、水 15 mL を加え、生じた沈殿をろ取し、水で洗い、薄めたメタノール (7 → 10) から再結晶し、デシケーター (減圧、酸化リン (V)) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 212 ~ 218°C である。

旋 光 度 $[\alpha]_D^{20} : +79 \sim +85^\circ$ (乾燥後、0.1 g、エタノール (95)、10 mL、100 mm)。

融 点 163 ~ 168 °C

純度試験 他のステロイド 本品 0.040 g をエタノール (95) 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) 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、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 μ L 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する。次にクロロホルム/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射すると、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 (0.5 g、減圧、酸化リン (V)、10 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定 量 法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{メチルテストステロン} (\text{C}_{20}\text{H}_{30}\text{O}_2) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{536} \times 10000$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

メチルテストステロン錠

Methyltestosterone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメチルテストステロン ($\text{C}_{20}\text{H}_{30}\text{O}_2 : 302.45$) を含む。

製 法 本品は「メチルテストステロン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メチルテストステロン」0.01 g に対応する量をとり、クロロホルム 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。別にメチルテストステロン標準品 0.01 g をアセトン 10 mL に溶かし、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 μ 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 (95) 混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、110°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

(2) (1) の試料溶液 1 mL をとり、蒸発乾固した残留物につき、「メチルテストステロン」の確認試験 (1) を準用する。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 5 mL を加えて崩壊させ、メタノール 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 x mL を正確に量り、1 mL 中にメチルテストステ

ン ($C_{20}H_{30}O_2$) 約 10 μg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別にメチルテストステロン標準品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で 10 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、水 5 mL 及びメタノール 50 mL を加えて溶かし、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、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 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

$$\begin{aligned} \text{メチルテストステロン} & (C_{20}H_{30}O_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{メチルテストステロン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V}{10} \times \frac{1}{x} \end{aligned}$$

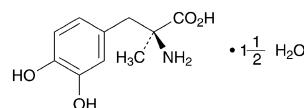
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メチルテストステロン ($C_{20}H_{30}O_2$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、水 5 mL を用いて 100 mL の分液漏斗に入れ、クロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、乾燥ろ紙を用いてろ過する。ろ液に空気を通じながら水浴上で蒸発乾固する。残留物をエタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{メチルテストステロン} (C_{20}H_{30}O_2) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{536} \times 10000$$

貯 法 容 器 密閉容器。

メチルドバ

Methyldopa



$C_{10}H_{13}NO_4 \cdot 1\frac{1}{2} H_2O$: 238.24
(2S)-2-Amino-3-(3,4-dihydroxyphenyl)-2-methylpropanoic acid sesquihydrate [41372-08-1]

本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、メチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$: 211.21) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けにくく、エタノール(95)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。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g にニンヒドリン試液 3 滴を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 25000) 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チルドバ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照スペクトル又はメチルドバ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 $[\alpha]_D^{20} : -25 \sim -28^\circ$ (脱水物換算、1 g、塩化アルミニウム(III) 試液、20 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて振り混ぜ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 塩化物 本品 0.5 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 (0.028 % 以下)。

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 3-O-メチルメチルドバ 本品 0.10 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、薄層クロマトグラフ用 3-O-メチルメチルドバ 5 mg をとり、メタノールに溶かし、正確に 100 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 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸(100) 混液 (13:5:3) 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 4-ニトロアニリン・亜硝酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、薄層板を風乾する。更に、これに炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1 → 4) を均等に噴霧するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

水 分 10.0 ~ 13.0 % (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 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸(100) 80 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 ~ 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する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 21.121 \text{ mg } C_{10}H_{13}NO_4$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

メチルドバ錠

Methyldopa Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する