

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。

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

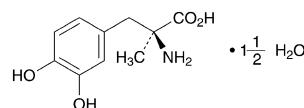
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メチルテストステロン ($C_{20}H_{30}O_2$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、水 5 mL を用いて 100 mL の分液漏斗に入れ、クロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、乾燥ろ紙を用いてろ過する。ろ液に空気を通じながら水浴上で蒸発乾固する。残留物をエタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極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

メチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$: 211.21) を含む。

製 法 本品は「メチルドバ」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「メチルドバ」0.1 g に対応する量をとり、水 10 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 5 分間加熱する。冷後、毎分 2000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液 1 滴をろ紙に付け、温風で乾燥した後、これにニンヒドリン試液 1 滴を重ねて付け、100 °C で 5 分間加熱するとき、紫色を呈する。
- (2) (1) の上澄液 0.5 mL に 0.05 mol/L 硫酸試液 2 mL、酒石酸鉄(II) 試液 2 mL 及びアンモニア試液 4 滴を加えて振り混ぜるとき、液は暗紫色を呈する。
- (3) (1) の上澄液 0.7 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 20 mL とする。この液 10 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 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 277 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンプランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にメチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$) 約 25 μg 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。別に定量用メチルドバ(別途 125 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.056 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 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 280 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

メチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

ただし、 W_s : 乾燥物に換算した定量用メチルドバの量 (mg)

C : 1 錠中のメチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$) の表示量 (mg)

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。メチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液 50 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜ、更に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にメチルドバ標準品(別途 125 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.11 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに酒石酸鉄(II) 試液 5 mL を正確に加え、更に pH 8.5 のアンモニア・酢酸アンモニウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。これらの液につき、0.05 mol/L 硫酸試液 5 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 520 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

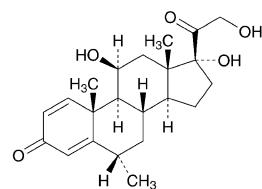
メチルドバ ($C_{10}H_{13}NO_4$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したメチルドバ標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_s}$$

貯 法 容 器 密閉容器。

メチルプレドニゾロン

Methylprednisolone



$C_{22}H_{30}O_5$: 374.47

11 β , 17, 21-Trihydroxy-6 α -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione [83-43-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、メチルプレドニゾロン ($C_{22}H_{30}O_5$) 96.0 ~ 104.0 % を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又は 1, 4-ジオキサンにやや溶けにくく、エタノール(95)又はクロロホルムに溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点: 232 ~ 240 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、濃赤色を呈し、この液は蛍光を発しない。この液に水 10 mL を加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液(1 → 100000)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。

旋 光 度 $[\alpha]_D^{20}$: +79 ~ +86 ° (乾燥後、0.1 g, 1, 4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

純度試験 他のステロイド 本品 0.050 g をクロロホルム/メタノール混液(9:1) 5 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/メタノール混液(9:1)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。次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液(385:75:40:6)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを 105 °C で 10 分間加熱し、冷後、アルカリ性ブルーテトラゾリウム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