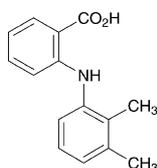


メフェナム酸

Mefenamic Acid

C₁₅H₁₅NO₂ : 241.29

2-(2,3-Dimethylphenylamino)benzoic acid [61-68-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、メフェナム酸 (C₁₅H₁₅NO₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはなく、味は初めはないが、後にわずかに苦い。

本品はジエチルエーテルにやや溶けにくく、メタノール、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 225 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後、4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液 (1 → 1000) 1 mL を加え、更に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい赤色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かし、加熱するとき、液は黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。
- (3) 本品 7 mg を塩酸のメタノール溶液 (1 → 1000) に溶かして 500 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。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、酢酸 (100) 2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ、生じた沈殿をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、酢酸 (100) 0.5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.071 % 以下)。
- (2) 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)。
- (3) 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)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液 (3 : 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 (3 : 1) を加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に

量り、クロロホルム/メタノール混液 (3 : 1) を加えて正確に 50 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 25 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する。次に 2-ブタノール/アンモニア水 (28) 混液 (3 : 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。これに紫外線 (主波長 254 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 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

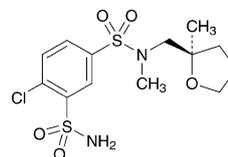
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、あらかじめ 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対し中性としたエタノール (95) 100 mL を加え、穏やかに加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールレッド試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄赤色を経て赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.129 mg C₁₅H₁₅NO₂

貯法 容器 密閉容器。

メフルシド

Mefruside



及び鏡像異性体

C₁₅H₁₉ClN₂O₆S₂ : 382.88

4-Chloro-N-methyl-N-[(RS)-2-methyltetrahydrofuran-2-ylmethyl]-3-sulfamoylbenzenesulfonamide [7195-27-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、メフルシド (C₁₅H₁₉ClN₂O₆S₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、アセトンに溶けやすく、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、水にほとんど溶けない。

本品の N,N-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 10) は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 → 40000) 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。
- (2) 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

照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところと同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

融点 149 ~ 152 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (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) 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 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 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する。次にクロロホルム/アセトン混液(5:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 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、*N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する(電位差滴定法)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 80 mL に水 13 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 38.288 mg $C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$

貯法 容器 密閉容器。

メフルシド錠

Mefruside Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するメフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$; 382.88) を含む。

製法 本品は「メフルシド」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「メフルシド」0.3 g に対応する量を取り、熱メタノール 15 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水 25 mL を加え、氷冷して 30 分間放置する。生じた白色沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 149 ~ 152 °C である。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「メフルシド」0.01 g に対応する量を取り、メタノール 70 mL を加え、15 分間

強く振り混ぜ、メタノールを加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液につき、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 274 ~ 278 nm 及び 283 ~ 287 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、溶出試験法の第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、定量分析用ろ紙(5種 C)でろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用メフルシドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.070 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 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、層長 5 cm で波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

メフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 定量用メフルシドの量 (mg)

C : 1 錠中のメフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) 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。メフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) 約 0.065 g に対応する量を精密に量り、メタノール 70 mL を加えて、15 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用メフルシドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 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 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

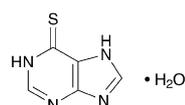
メフルシド ($C_{13}H_{19}ClN_2O_5S_2$) の量 (mg)

$$= \text{定量用メフルシドの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

メルカプトプリン

Mercaptopurine



$C_5H_4N_4S \cdot H_2O$: 170.19

1,7-Dihydro-6H-purine-6-thione monohydrate
[6112-76-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メルカプトプリン ($C_5H_4N_4S$; 152.18) 98.0 % 以上を含む。