

(3) 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり、これに酢酸 (100) 1 滴ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 2000 mL を (1) と同様の方法で 30 分間で通じるとき、A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである。

(4) 過マンガン酸カリウム還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.10 mL ずつを加え、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、A 液の色は B 液の色と同じである。

(5) 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、A 液の混濁は B 液の混濁と同じである。

(6) 一酸化炭素 本品 5.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。

#### 操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL 及び空気 0.1 mL を採取し、キャリアーガスを加えて 100 mL とし、よく混合する。その 5.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、空気のピーク面積  $A_T$  を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積  $A_S$  を求める。

$$\text{亜酸化窒素の量 (N}_2\text{O) (vol\%)} = 100 - 3 \times \frac{A_T}{A_S}$$

#### 操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 3.0 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、窒素、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 5 回繰り返すとき、窒素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

#### 貯法

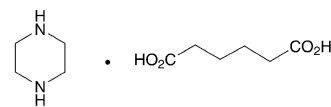
保存条件 40 °C 以下で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。

## アジピン酸ピペラジン

Piperazine Adipate

ピペラジンアジピン酸塩



$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4$  : 232.28

Piperazine hexanedioate [142-88-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、アジピン酸ピペラジン ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

本品は水又は酢酸 (100) にやや溶けやすく、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 250 °C (分解)。

#### 確認試験

(1) 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、塩酸 1 mL を加えてジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 152 ~ 155 °C である。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 3 mL にライネック塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(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を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき、液は

無色澄明である。

(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)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

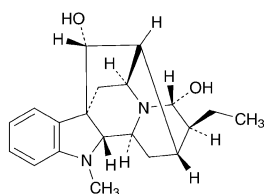
定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 20 mL 及び非水滴定用アセトン 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: プロモクレゾールグリーン・クリスタルバイオレット試液 6 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.614 mg  $C_{14}H_{10}N_2 \cdot C_6H_{10}O_4$

貯法 容器 密閉容器。

## アジマリン

Ajmaline



$C_{20}H_{26}N_2O_2$  : 326.43

(17*R*, 21*R*)-Ajmalan-17, 21-diol [4360-12-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、アジマリン ( $C_{20}H_{26}N_2O_2$ ) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸に溶ける。

融点: 約 195 °C (分解)。

### 確認試験

(1) 本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL に硝酸 3 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

(2) (1) の試料溶液をろ紙上にスポットし、ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。

吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (249 nm) : 257 ~ 271 (乾燥後, 2 mg, エタノール (95), 100 mL)。

$E_{1cm}^{1\%}$  (292 nm) : 85 ~ 95 (乾燥後, 2 mg, エタノール (95), 100 mL)。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +136 ~ +151° (乾燥後, 0.5 g, クロロホルム, 50 mL, 100 mm)。

純度試験 他のアルカロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 10 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 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  $\mu$ 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/アセトン/ジエチルアミン混液 (5 : 4 : 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 1.0 % 以下 (0.6 g, 減圧, 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用アセトン 50 mL を加えて溶かし、0.05 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。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.322 mg  $C_{20}H_{26}N_2O_2$

### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## アジマリン錠

Ajmaline Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するアジマリン ( $C_{20}H_{26}N_2O_2$  : 326.43) を含む。

製法 本品は「アジマリン」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「アジマリン」0.1 g に対応する量を取り、クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、「アジマリン」の確認試験を準用する。

(2) (1) の残留物 0.01 g をエタノール (95) 100 mL に溶かす。この液 10 mL にエタノール (95) を加えて 50 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 247 ~ 251 nm 及び 291 ~ 294 nm に吸収の極大を示し、269 ~ 273 nm に吸収の極小を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用アジマリンを 80 °C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) に溶かし、正確に 500 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 288 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。