

ルピシン ( $C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl$ ) としての量を質量 (力価) で示す。

**性状** 本品は黄赤色の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (95) に溶けにくく、アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品及び塩酸イダルピシン標準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塩酸イダルピシン標準品の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) 本品及び塩酸イダルピシン標準品につき、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塩酸イダルピシン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。

(3) 本品 2 mg を水 3 mL に溶かし、希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき、液は白濁する。

**吸光度**  $E_{1cm}^{1\%}$  (482 nm) : 204 ~ 210 (脱水物に換算したものの 0.02 g, メタノール, 1000 mL)。

**旋光度**  $[\alpha]_D^{20}$  : +191 ~ +197° (脱水物に換算したものの 0.02 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

**pH** 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

#### 純度試験

- (1) 溶状 別に規定する。
- (2) 重金属 別に規定する。
- (3) 類縁物質 別に規定する。
- (4) 残留溶媒 別に規定する。

**水分** 5.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

**強熱残分** 別に規定する。

**エンドトキシン** 8.9 EU/mg (力価) 未満。

**定量法** 本品及び塩酸イダルピシン標準品約 0.01 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれをラウリル硫酸ナトリウムを含まない移動相に溶かして正確に 50 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 20  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイダルピシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸イダルピシン } (C_{26}H_{27}NO_9 \cdot HCl) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{塩酸イダルピシン標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径 3.9 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 4  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 35 °C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 10.2 g に水を加えて溶かし、リン酸 1 mL 及び水を加えて 750 mL とした液にテトラヒドロフラン 250 mL を加える。この液 500 mL にラウリル硫酸ナトリウム 0.72 g 及び *N*,

*N*-ジメチル-*n*-オクチルアミン 0.5 mL を加えた後、2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 4 に調整する。

流量 : イダルピシンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

#### システム適合性

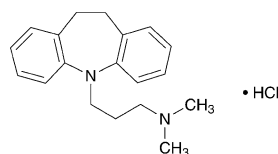
システムの性能 : 標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、イダルピシンのピークの理論段数は、3000 段以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イダルピシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

**貯法** 容器 気密容器。

## 塩酸イミプラミン

Imipramine Hydrochloride  
イミプラミン塩酸塩



$C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$  : 316.87

*N*-[3-(10, 11-Dihydro-5*H*-dibenz[*b, f*]azepin-5-yl)propyl]-*N, N*-dimethylamine monohydrochloride [I13-52-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸イミプラミン ( $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ) 98.5 % 以上を含む。

**性状** 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ~ 5.2 である。

本品は光によって徐々に着色する。

#### 確認試験

(1) 本品 5 mg を硝酸 2 mL に溶かすとき、液は濃青色を呈する。

(2) 本品 5 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき、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又は塩酸イミプラミン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 0.05 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア試液 1 mL を加えて 5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

**融点** 170 ~ 174 °C (分解)。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、そ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 1.0 mL、塩化鉄（Ⅲ）の色の比較原液 2.4 mL、硫酸銅（Ⅱ）の色の比較原液 0.4 mL 及び薄めた塩酸（1 → 40）6.2 mL をそれぞれ正確に量り、混和する。この液 0.5 mL を正確に量り、水 9.5 mL を正確に加え、混和する。

（2）イミノジベンジル 本品 0.050 g を 25 mL の褐色のメスフラスコにとり、塩酸/エタノール（95）混液（1：1）10 mL を加えて溶かし、氷水中で冷却しながら、フルフルールのエタノール（95）溶液（1 → 250）5 mL 及び塩酸 5 mL を加え、25 °C で 3 時間放置する。次に塩酸/エタノール（95）混液（1：1）を加えて 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 565 nm における吸光度は 0.16 以下である。

（3）類縁物質 本品 0.20 g をエタノール（95）10 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 50 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 5  $\mu$ 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。次に酢酸エチル/酢酸（100）/塩酸/水混液（11：7：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに二クロム酸カリウム・硫酸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 0.3 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：メタニルイエロー試液 10 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が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 過塩素酸 1 mL = 31.687 mg  $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## 塩酸イミプラミン錠

Imipramine Hydrochloride Tablets

イミプラミン塩酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸イミプラミン（ $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ；316.87）を含む。

製法 本品は「塩酸イミプラミン」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「塩酸イミプラミン」0.25 g に対応する量を取り、クロロホルム 25 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「塩酸イミプラミン」の確認試験（1）

を準用する。

（2）（1）の残留物から「塩酸イミプラミン」5 mg に対応する量を取り、これを 0.01 mol/L 塩酸試液 250 mL に溶かした液につき、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 249 ~ 253 nm に吸収の極大を示し、270 ~ 280 nm に吸収の肩を示す。

（3）（1）の残留物を 105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 170 ~ 174 °C（分解）である。

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 75 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  $V$  mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に塩酸イミプラミン（ $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ）約 10  $\mu$ g を含む液となるように薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）を加えて正確に  $V$  mL とし、試料溶液とする。別に塩酸イミプラミン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.025 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 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液（1 → 2）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 250 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。

塩酸イミプラミン（ $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ）

の表示量に対する溶出率（%）

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

$W_s$ ：塩酸イミプラミン標準品の量（mg）

$C$ ：1 錠中の塩酸イミプラミン（ $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ）の表示量（mg）

定量法 本品 20 個をとり、0.01 mol/L 塩酸試液 200 mL を正確に加え、錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる。この液を遠心分離した後、塩酸イミプラミン（ $C_{19}H_{24}N_2 \cdot HCl$ ）約 0.025 g に対応する容量の上澄液を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸イミプラミン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれを pH 5.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 15 mL、ブロムクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液 8 mL 及びクロロホルム 30 mL を入れた分液漏斗に加えて振り混ぜる。クロロホルム層は少量の脱脂綿を置いた漏斗を用いてろ過し、100 mL のメスフラスコに入れる。更にクロロホルム 30 mL ずつで 2 回同様の操作を繰り返し、クロロホルム層を先のメスフラスコに合わせ、クロロホルムを加えて 100 mL とする。これらの液につき、0.01 mol/L 塩酸試液 3 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 416 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。