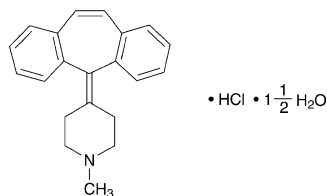


塩酸シプロヘプタジン

Cyproheptadine Hydrochloride
シプロヘプタジン塩酸塩



C₂₁H₂₁N • HCl • 1 $\frac{1}{2}$ H₂O : 350.88

4-(5*H*-Dibenzo[*a, d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate
[41354-29-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸シプロヘプタジン (C₂₁H₂₁N • HCl : 323.86) 98.5 % 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、味はわずかに苦い。

本品はメタノール又は酢酸 (100) に溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g をメタノール 10 mL に溶かし、この液 1 滴をろ紙上に滴下し、風乾した後、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、うすい青色の蛍光を発する。
- (2) 本品 0.1 g を分液漏斗に入れ、クロロホルム 5 mL に溶かし、水 4 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜる。クロロホルム層を別の分液漏斗にとり、水 4 mL を加え、振り混ぜて洗う。クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し、ろ液を蒸発乾固する。残留物に希エタノール 8 mL を加え、65 °C に加温して溶かした後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 30 分間放置する。結晶をろ取り、80 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 111 ~ 115 °C である。
- (3) 本品のエタノール (95) 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。
- (4) 本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

- (1) 酸 本品 2.0 g をメタノール 25 mL に溶かし、メチルレッド試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。
- (2) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 ~ 9.0 % (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 100 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

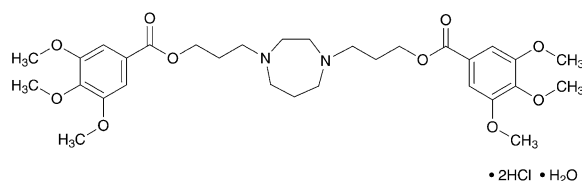
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水酢酸 20 mL を加え、50 °C に加温して溶かす。冷後、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.386 mg C₂₁H₂₁N • HCl

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ジラゼプ

Dilazep Hydrochloride
ジラゼプ塩酸塩



C₃₁H₄₄N₂O₁₀ • 2HCl • H₂O : 695.63

3,3'-(1,4-Diazepane-1,4-diyl)dipropyl
bis(3,4,5-trimethoxybenzoate) dihydrochloride
monohydrate [20153-98-4, 無水物]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸ジラゼプ (C₃₁H₄₄N₂O₁₀ • 2HCl : 677.61) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (95) 又は無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 : 200 ~ 204 °C 110 °C の溶液中に挿入し、140 ~ 150 °C の間は 1 分間に約 3 °C, 160 ~ 195 °C の間は 1 分間に約 10 °C, その後は 1 分間に約 1 °C 上昇するように加熱する。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 100) 1 mL に塩酸ヒドロキシアノンニウム溶液 (1 → 10) 0.1 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 0.1 mL を加え、70 °C の水浴中で 10 分間加温する。冷後、希塩酸 0.5 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 0.1 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (3 → 500) 5 mL にライネッケ塩試液 0.3 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 50000) 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。
- (4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩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に同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 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)。
- (5) 類縁物質 本品 0.40 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 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 5 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。次にメタノール/酢酸エチル/ジクロロメタン/塩酸混液 (500 : 200 : 100 : 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。これらに噴霧用ドラージェンドルフ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 2.0 ~ 3.0 % (1 g, 105 °C, 3 時間)。

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、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で適定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

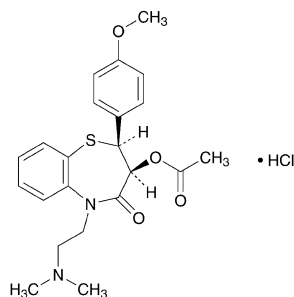
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.881 mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl$

貯法 容器 気密容器。

塩酸ジルチアゼム

Diltiazem Hydrochloride

ジルチアゼム塩酸塩



$C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$: 450.98

(2S, 3S)-5-[2-(Dimethylamino)ethyl]-2,3,4,5-tetrahydro-2-(4-methoxyphenyl)-4-oxo-1,5-benzothiazepin-3-yl acetate monohydrochloride [42399-41-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジルチアゼム ($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水、メタノール又はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けにくく、無水酢酸又はエタノール (99.5) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.05 g を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 2 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。
- (2) 本品 0.03 g をとり、水 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。
- (3) 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 20 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。
- (4) 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測定するとき、波数 1741 cm^{-1} , 1678 cm^{-1} , 1252 cm^{-1} 及び 1025 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (5) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +115 ~ +120° (乾燥後, 0.20 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

融点 210 ~ 215 °C (分解)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.3 ~ 5.3 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 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 を分解フラスコに入れ、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL を加えて加熱し、これを 2 回繰り返す、更に過酸化水素 (30) 2 mL ずつを数回加えて液が無色~微黄色となるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の比較液より濃くない (2 ppm 以下)。

比較液：本品を用いなくて同様に操作した後、ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし、以下検液と同様に操作する。

- (5) 類縁物質 本品 0.050 g を薄めたエタノール (4 \rightarrow 5) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたエタノール (4 \rightarrow 5) を加えて正確に 200