

(4) 類縁物質 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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。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 μ 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。次にジエチルアミン/シクロヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開し、風乾した後、110 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥する。冷後、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及び原点の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。

水分 1.5 % 以下(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 0.25 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: *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液の赤褐色が緑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 = 16.963 mg $C_{14}H_{22}N_2O_5 \cdot 2HCl$

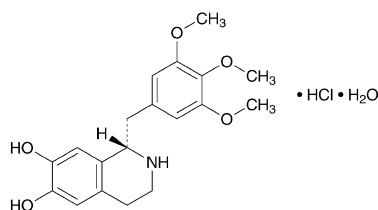
貯法 容器 気密容器。

塩酸トリメトキノール

Trimetoquinol Hydrochloride

トリメトキノール塩酸塩

塩酸トトレキノール



$C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$: 399.87

(1*S*)-1, 2, 3, 4-Tetrahydro-1-(3, 4, 5-trimethoxybenzyl)-isoquinoline-6, 7-diol monohydrochloride monohydrate [18559-59-6, 無水物]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸トリメトキノール ($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$: 381.85) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品は水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく、アセトン、無水ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点: 約 151 $^{\circ}$ C (分解, ただし乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし、希塩化鉄(III)

試液 1 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈し、これに薄めたアンモニア試液(1 \rightarrow 10) 4 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.03 g を水 5 mL に溶かし、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 0.01 g を 0.01 mol/L 塩酸試液 200 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。

(5) 本品の水溶液(1 \rightarrow 50)は塩化物の定性反応(1)を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -17 \sim -20 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したもの 0.25 g, 水, 加温, 冷後, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 4.5 \sim 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき、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 0.40 mL を加える(0.038 % 以下)。

(3) 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)。

(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 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 283 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 \sim 30 cm のステンレス管に 5 \sim 10 μ 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: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 2 g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 1000 mL に溶かす。この液にリン酸を加えて pH を 2.8 \sim 3.2 に調整した後、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 800 mL をとり、アセトニトリル 200 mL を加える。

流量: トリメトキノールの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 5 mg 及び塩酸プロカイン 1 mg を移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカイン、トリメトキノールの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

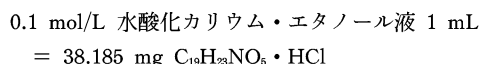
検出感度：標準溶液 20 μ L から得たトリメトキノールのピーク高さが 2 ~ 6 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトリメトキノールの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 3.5 ~ 5.5 % (1 g, 減圧, 105 °C, 4 時間)

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸 2 mL 及びエタノール (99.5) 70 mL を加え、よくかき混ぜて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、第一変曲点と第二変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める。



貯法

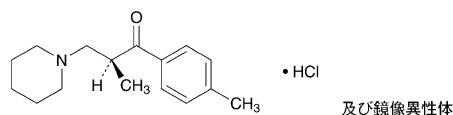
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸トルペリゾン

Tolperisone Hydrochloride

トルペリゾン塩酸塩



$\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{NO} \cdot \text{HCl}$: 281.82

(*RS*)-2-Methyl-1-(4-methylphenyl)-3-piperidin-1-yl-propan-1-one monohydrochloride [3644-61-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トルペリゾン ($\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{NO} \cdot \text{HCl}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水又はエタノール (95) に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、アセトンに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

融点 : 167 ~ 174 °C

確認試験

(1) 本品 0.2 g をエタノール (95) 2 mL に溶かし、1,3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加熱するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) 5 mL にヨウ素試液 2 ~ 3

滴を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア試液 2 mL を加えた後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (257 nm) : 555 ~ 585 (乾燥後, 5 mg, エタノール (95), 500 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 4.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.005 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 塩酸ピペリジン 本品 0.20 g をとり、水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ピペリジン 0.020 g をとり、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5.0 mL ずつを別々の分液漏斗にとり、それぞれに硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1 \rightarrow 20) 0.1 mL を加え、次にアンモニア水 (28) 0.1 mL を加え、更にイソオクタン/二硫化炭素混液 (3 : 1) 10 mL を正確に加えた後、30 分間激しく振り混ぜる。静置後、直ちにイソオクタン/二硫化炭素混液層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水する。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 438 nm における試料溶液から得た液の吸光度は、標準溶液から得た液の吸光度より大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 3 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、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 70 mL に溶かし、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。

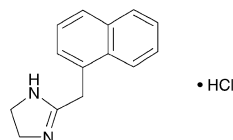
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.182 mg $\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{NO} \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ナファゾリン

Naphazoline Hydrochloride

ナファゾリン塩酸塩



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$: 246.74

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1H-imidazole monohydrochloride [550-99-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ナファゾリン ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 98.5 % 以上を含む。