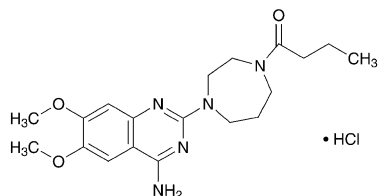


塩酸ブナゾシン

Bunazosin Hydrochloride

ブナゾシン塩酸塩

 $C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$: 409.91

4-Amino-2-(4-butanoyl-1,4-diazepan-1-yl)-6,7-dimethoxyquinazoline monohydrochloride [72712-76-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブナゾシン ($C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 273 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g を 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし、直火で加熱して 3 分間沸騰するとき、酪酸臭を発する。
- (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に同様の強度の吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。
- (2) 類縁物質 本品 0.05 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 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、試料溶液のブナゾシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のブナゾシンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 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：30 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.44 g に水を加えて溶かし、酢酸 (100) 10 mL 及びアセトニトリル 500 mL を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。

流量：ブナゾシンの保持時間が約 5 分になるように調

整する。

カラムの選定：標準溶液/塩酸プロカインの移動相溶液 (1 → 20000) 混液 (1 : 1) 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカイン、ブナゾシンの順に溶出し、その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たブナゾシンのピーク高さがフルスケールの 20 ~ 60 % になるように調整する。

面積測定範囲：ブナゾシンの保持時間の約 6 倍の範囲

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、ギ酸 6 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、水浴上で 20 分間加熱する。冷後、酢酸 (100) 20 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.99 mg $C_{19}H_{27}N_5O_3 \cdot HCl$

貯法

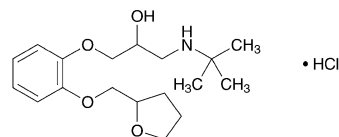
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸ブフェトロール

Bufetolol Hydrochloride

ブフェトロール塩酸塩

 $C_{15}H_{29}NO_4 \cdot HCl$: 359.89

1-tert-Butylamino-3-[2-(tetrahydrofuran-2-ylmethoxy)phenoxy]propan-2-ol monohydrochloride [35108-88-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブフェトロール ($C_{15}H_{29}NO_4 \cdot HCl$) 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ある。

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

本品の水溶液 (1 → 10) は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 20000) 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。
- (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数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 153 ~ 157 °C

純度試験

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

(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 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) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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/エタノール (95) /アンモニア水 (28) 混液 (40 : 20 : 5 : 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, 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 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 10 mL に溶かし、無水酢酸 50 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。

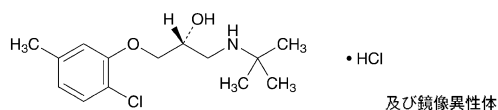
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.989 mg C₁₄H₂₂NO₂ · HCl

貯法 容器 気密容器。

塩酸ブプラノロール

Bupranolol Hydrochloride

ブプラノロール塩酸塩



C₁₄H₂₂ClNO₂ · HCl : 308.24

(*RS*)-1-*tert*-Butylamino-3-(2-chloro-5-methylphenoxy)-propan-2-ol monohydrochloride [15148-80-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブプラノロール (C₁₄H₂₂ClNO₂ · HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けにくく、水、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 1000 mL に溶かした液の pH は 5.2

~ 6.2 である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を試験管にとり、ヨウ化カリウム 0.025 g 及びシュウ酸二水和物 0.025 g を加えて混ぜ合せ、2,6-ジブロモ-*N*-クロロ-1,4-ベンゾキノモノイミンのエタノール (95) 溶液 (1 → 100) で潤したろ紙を試験管の口に当て数分間弱く加熱する。このろ紙をアンモニアガスに接触するとき青色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) 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。

(3) 本品を乾燥し、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長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 → 200) は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (275 nm) : 57 ~ 60 (乾燥後, 0.05 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 500 mL)。

融点 223 ~ 226 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 15 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 15 mL に溶かし、メチルレッド試液 1 滴を加えるとき、液は淡赤色を呈する。これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05 mL を加えるとき、液の色は黄色に変わる。

(3) 硫酸塩 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.168 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。

(5) 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)。

(6) 類縁物質 本品 0.30 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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 μL ずつを薄層クロマトグラフ用ポリアミド (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/アンモニア水 (28) /水混液 (16 : 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 0.5 % 以下 (0.5 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 0.18 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (2 : 1) 60 mL を加え、加温して溶かし、冷後、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。