

に 5 μm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液をリン酸で pH 3.0 に調整する。1-ペンタンスルホン酸ナトリウムが 0.1 % になるようにこの液を加えた溶液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：塩酸プロカインの保持時間が約 10 分になるように調整する。

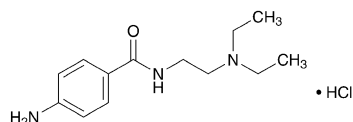
カラムの選定：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロカイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

塩酸プロカインアミド

Procainamide Hydrochloride

プロカインアミド塩酸塩



$\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$: 271.79

4-Amino-*N*-(2-diethylaminoethyl)benzamide monohydrochloride [614-39-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸プロカインアミド ($\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、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。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1 g を水 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、クロロホルム/ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 10 mL ずつで 2 回抽出する。抽出液を合わせ、乾燥用塩化カルシウムを加え、30 分間乾燥し、小フラスコに傾斜し、ピリジン 5 mL を加え、更に塩化ベンゾイル 1 mL を徐々に滴加し、水浴上で 30 分間加熱した後、クロロホルム/ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 20 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム試液 100 mL 中に注加し、振り混ぜる。有機溶媒層を分取し、水 20 mL で洗い、10 $^{\circ}\text{C}$ に冷却し、結晶を析出させる。結晶をろ取し、希エタノール 10 mL から再結晶し、105 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 180 ~ 187 $^{\circ}\text{C}$ である。

(2) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~

6.5 である。

融点 165 ~ 169 $^{\circ}\text{C}$

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)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 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 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を用いて調製した薄層板にスポットする。更に各スポット上にアンモニア水 (28) のメタノール溶液 (11 \rightarrow 50) 10 μL ずつをスポットする。次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (700 : 300 : 7) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド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 0.30 % 以下 (2 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 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) 50 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 = 27.179 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 気密容器。

塩酸プロカインアミド錠

Procainamide Hydrochloride Tablets

プロカインアミド塩酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸プロカインアミド ($\text{C}_{13}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HCl}$: 271.79) を含む。

製法 本品は「塩酸プロカインアミド」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「塩酸プロカインアミド」1.5 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 20 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、以下「塩酸プロカインアミド」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の試料溶液 0.2 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 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 中に塩酸プロカインアミド ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 7 μ 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。別に定量用塩酸プロカインアミドを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.125 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 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 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸プロカインアミド } (C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl) \\ & \text{の表示量に対する溶出率 } (\%) \\ & = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 4.5 \end{aligned}$$

ただし、 W_s : 定量用塩酸プロカインアミドの量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸プロカインアミド
($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸プロカインアミド ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 0.5 g に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加えてよくかき混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。残留物に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えてかき混ぜ、再び遠心分離して上澄液をとる。更に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返す、全上澄液を合わせ、臭化カリウム溶液 (3 → 10) 10 mL を加え、15 °C 以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定終点検出法の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 27.179 \text{ mg } C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸プロカインアミド注射液

Procainamide Hydrochloride Injection

プロカインアミド塩酸塩注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸プロカインアミド ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$: 271.79) を含む。

製法 本品は「塩酸プロカインアミド」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

pH : 4.0 ~ 6.0

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「塩酸プロカインアミド」1 g に対応する容量をとり、「塩酸プロカインアミド」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品の表示量に従い「塩酸プロカインアミド」0.01 g に対応する容量をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 5 mL とした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

定量法 本品の塩酸プロカインアミド ($C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 約 0.5 g に対応する容量を正確に量り、塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし、15 °C に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定終点検出法の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定する。

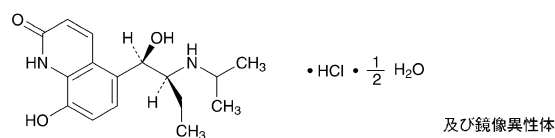
$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 27.179 \text{ mg } C_{13}H_{21}N_3O \cdot HCl \end{aligned}$$

貯法 容器 密封容器。

塩酸プロカテロール

Procatamol Hydrochloride

プロカテロール塩酸塩



$$C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot \frac{1}{2} H_2O : 335.83$$

8-Hydroxy-5-[(1*RS*, 2*SR*)-1-hydroxy-2-isopropylaminobutyl]-quinolin-2(1*H*)-one monohydrochloride hemihydrate [62929-91-3, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸プロカテロール ($C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$: 326.82) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水、ギ酸又はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) 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 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

本品は光によって徐々に着色する。

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点 : 約 195 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (7 → 1000000) 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。

(2) 本品につき、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 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 塩化鉄 (III) の色の比較原液 3.0 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。