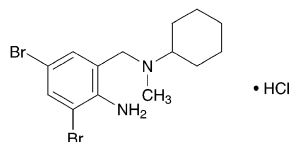


塩酸ブロムヘキシン

Bromhexine Hydrochloride

ブロムヘキシン塩酸塩

 $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$: 412.59*N*-(2-Amino-3,5-dibromophenylmethyl)-*N*-cyclohexyl-*N*-methylamine monohydrochloride [611-75-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$) 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。

本品はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (95) に溶けにくい。

本品の飽和水溶液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

融点 : 約 239 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 3 mg を 0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 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。

(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長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 1 g に水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 4 回抽出する。水層をとり、希硝酸で中和した液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 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、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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、試料溶液のブロムヘキシン以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のブロムヘキシンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 245 nm)

カラム : 内径約 5 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 : 40 °C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 1.0 g を 900 mL の水に溶かし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 7.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 200 mL をとり、アセトニトリル 800 mL を加える。

流量 : ブロムヘキシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定 : 硫酸バメタン 0.05 g に試料溶液 0.5 mL を加え、移動相に溶かし 10 mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バメタン、ブロムヘキシンの順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

検出感度 : 標準溶液 5 μ L から得たブロムヘキシンのピーク高さが 5 ~ 15 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ブロムヘキシンの保持時間の約 2 倍の範囲

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 0.5 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、50 °C の水浴中で 15 分間加温し、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色になるときとする。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 = 41.26 mg $C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$

貯法

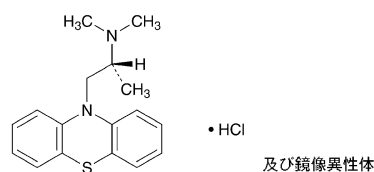
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸プロメタジン

Promethazine Hydrochloride

プロメタジン塩酸塩

 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$: 320.88*N,N*-Dimethyl-*N*-[(*RS*)-1-methyl-2-(phenothiazin-10-yl)-ethyl]amine monohydrochloride [58-33-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸プロメタジン ($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

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

本品は光によって徐々に着色する。

本品の水溶液 (1 → 25) は旋光性を示さない。

融点：約 223 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (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、同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

(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長のところと同様の強度の吸収を認める。

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

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本操作は、直射日光を避けて行う。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) 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)。

(3) 類縁物質 本操作は、直射日光を避けて行う。本品 0.10 g をとり、エタノール (95) 5 mL を正確に加えて溶かし、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 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に薄層クロマトグラフ用塩酸イソプロメタジン 0.020 g をとり、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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。次にメタノール/ジエチルアミン混液 (19 : 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。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット以外のスポットは、標準溶液 (1) 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, 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) 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 = 32.088 mg C₁₇H₂₁N₂S · HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する。

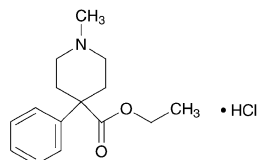
容器 気密容器。

塩酸ペチジン

Pethidine Hydrochloride

ペチジン塩酸塩

オペリジン



C₁₅H₂₁NO₂ · HCl : 283.79

Ethyl 1-methyl-4-phenylpiperidine-4-carboxylate monohydrochloride [50-13-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ペチジン (C₁₅H₂₁NO₂ · 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。

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

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ~ 5.8 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2000) 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、同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

(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長のところと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 (2) を呈する。

融点 187 ~ 189 °C

純度試験

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

(2) 硫酸塩 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.240 % 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 20 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 μL 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、試料溶液のペチジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のペチジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (257 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に約 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。