

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。

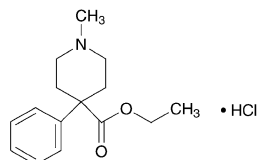
容器 気密容器。

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。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸 (1 → 1000) 1000 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.0 に調整し、その液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える。

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 2 mL 及びパラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液 (1 → 50000) 2 mL に移動相を加えて 10 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペチジン、パラオキシ安息香酸イソアミルの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たペチジンのピーク高さが 7 ~ 14 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ペチジンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 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 = 28.379 mg C₁₅H₂₁NO₂ · HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸ペチジン注射液

Pethidine Hydrochloride Injection

ペチジン塩酸塩注射液

オペリジン注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸ペチジン (C₁₅H₂₁NO₂ · HCl : 283.79) を含む。

製法 本品は「塩酸ペチジン」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

本品は光によって変化する。

pH : 4.0 ~ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「塩酸ペチジン」0.1 g に対応する容量をとり、水を加えて 200 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するとき、波長 250 ~ 254 nm, 255 ~ 259 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の塩酸ペチジン (C₁₅H₂₁NO₂ · HCl) 約 0.1 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 50 mL とする。この液 5 mL をとり、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ペチジンを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 50 mL とする。この液 5 mL をとり、

移動相を加えて 20 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い、内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ペチジン (C}_{15}\text{H}_{21}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用塩酸ペチジンの量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソアミルの移動相溶液 (1 → 12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：257 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 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 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2.0 g を薄めたリン酸 (1 → 1000) 1000 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 3.0 に調整する。この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える。

流量：ペチジンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペチジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するペチジンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

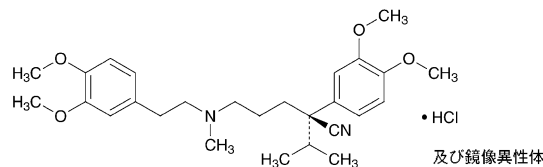
容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

塩酸ベラパミル

Verapamil Hydrochloride

ベラパミル塩酸塩

塩酸イプロベラトリン



C₂₇H₃₈N₂O₄ · HCl : 491.06

(*RS*)-5-[(3,4-Dimethoxyphenethyl)methylamino]-2-(3,4-dimethoxyphenyl)-2-(1-methylethyl)pentanenitrile monohydrochloride [152-II-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ベラパミル (C₂₇H₃₈N₂O₄ · HCl) 98.5 % 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。