

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 C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · 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 (C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · 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 (C<sub>15</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>2</sub> · 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<sub>T</sub> 及び Q<sub>S</sub> 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。

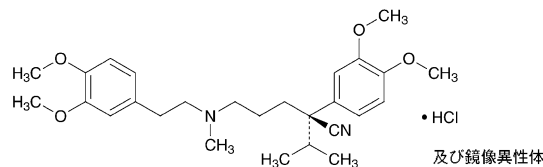
容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

## 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



C<sub>27</sub>H<sub>38</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 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 (C<sub>27</sub>H<sub>38</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 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。

本品はメタノール、酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール (95) 又は無水酢酸にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 50) 2 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 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 50000) 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 141 ~ 145 °C

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

#### 純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき、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) 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)。
- (4) 類縁物質 本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に標準原液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 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を用いて調製した 2 枚の薄層板にスポットする。1 枚の薄層板はシクロヘキサン/ジエチルアミン混液 (17 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開し、風乾した後、110 °C で 1 時間乾燥する。冷却した後、塩化鉄 (III) ・ヨウ素試液を均等に噴霧し、直ちに観察するとき、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濃い方から 3 個のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。その他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。残りの薄層板はトルエン/メタノール/アセトン/酢酸 (100) 混液 (14 : 4 : 1 : 1) を展開溶媒として、同様に試験を行う。

乾燥減量 1.0 % 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 0.7 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 = 49.11 mg  $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$

#### 貯法

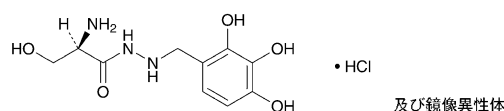
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

### 塩酸ベンセラジド

Benserazide Hydrochloride

ベンセラジド塩酸塩



$C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$  : 293.70

(*RS*)-2-Amino-3-hydroxy-*N*'-(2,3,4-trihydroxybenzyl)-propanoylhydrazone monohydrochloride [14919-77-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である。

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

本品は吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

本品の水溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

#### 確認試験

- (1) 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。
- (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 → 30) 10 mL に硝酸銀試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 430 nm における吸光度は 0.10 以下である。

(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、遮光した容器を用いて行う。本品 0.25 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 及び 3 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 (1)