

(4) アンモニウム 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(5) 銅 (2) の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 1 mL を加え、ろ過した液は青色を呈しない。

(6) 鉛 本品 1.0 g をろつばにとり、約 500 °C で強熱し、残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし、小火炎を用いて蒸発乾固し、冷後、残留物に水酸化カリウム溶液 (1 → 6) 5 mL を加え、注意しながら 2 分間煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液を試験管にとり、クロム酸カリウム試液 10 滴を加え、酢酸 (100) を 1 滴ずつ加えて酸性にするとき、液は混濁又は黄色の沈殿を生じない。

(7) 銀 (2) の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(8) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 1.0 g に薄めた酢酸 (31) (1 → 2) 40 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し、直ちに硫化水素をじゅうぶんに通じ、生じた沈殿をろ過し、水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

(9) ヒ素 本品 0.20 g を水酸化カルシウム 0.20 g とよく混ぜ、強熱して得た残留物を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

(10) 没食子酸 本品 1.0 g にエタノール (95) 20 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は 5.0 mg 以下である。

乾燥減量 6.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、約 500 °C で 30 分間加熱し、冷後、残留物に薄めた硝酸 (2 → 5) 5 mL を加え、加温して溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 30 mL を正確に量り、水 200 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
= 4.180 mg Bi

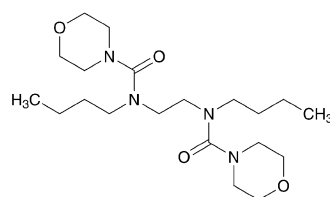
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$: 398.54

N,N'-Ethylenebis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

[119-48-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジモルホラミン ($C_{20}H_{38}N_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末、塊又は粘性の液で、アミンよりの特異なおいがあり、味は苦い。

本品はエタノール (95)、無水酢酸、ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく、水にやや溶けやすい。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。冷後、希塩酸を加えて中性とし、この液 5 mL に希塩酸を加えて酸性とし、煮沸し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.05 g を塩酸 2 mL に溶かし、還流冷却器を付け、10 分間煮沸し、更に水浴上で蒸発乾固する。残留物を水 1 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて中和し、アセトアルデヒド溶液 (1 → 20) 0.2 mL、ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 0.1 mL 及び炭酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

(4) 本品の水溶液 (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。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液は、無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 (1) の液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (1) の液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較

液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.096 % 以下).

(4) 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).

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 8 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.6 g を精密に量り, 無水酢酸 10 mL 及びニトロベンゼン 40 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: ニュートラルレッド試液 5 滴). ただし, 滴定の終点は, 液の赤色が紫色を経て青紫色に変わるときとする. 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 = 39.854 mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

ジモルホラミン注射液

Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤で, 定量するとき, 表示量の 95 ~ 105 % に対応するジモルホラミン ($C_{20}H_{38}N_4O_4$: 398.54) を含む.

製法 本品は「ジモルホラミン」をとり, 注射剤の製法により製する.

性状 本品は無色透明の液である.

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.1 g に対応する容量をとり, ドラッグエンドルフ試液 3 滴を加えるとき, 液はだいたい色を呈する.

(2) 本品の表示量に従い「ジモルホラミン」0.05 g に対応する容量をとり, 希塩酸 1 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固する. 残留物を塩酸 2 mL に溶かし, 以下「ジモルホラミン」の確認試験 (3) を準用する.

定量法 本品のジモルホラミン ($C_{20}H_{38}N_4O_4$) 約 0.03 g に対応する容量を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とする. この液 1 mL を正確に量り, 内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ, 試料溶液とする. 別に定量用ジモルホラミンをデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 8 時間乾燥し, その約 0.15 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 1000 mL とする. この液 1 mL を正確に量り, 内標準溶液 4 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜ, 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い, 内標準物質のピーク面積に対するジモルホラミンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める.

$$\text{ジモルホラミン } (C_{20}H_{38}N_4O_4) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{定量用ジモルホラミンの量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{5}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (1 \rightarrow 25000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 216 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: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (1:1)

流量: ジモルホラミンの保持時間が約 4 分になるように調整する.

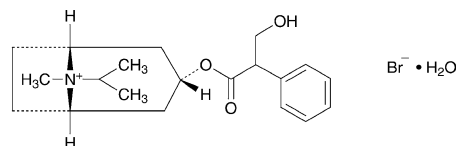
カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ジモルホラミン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 2.0 以上のものを用いる.

貯法 容器 密封容器.

臭化イプラトロピウム

Ipratropium Bromide

イプラトロピウム臭化物



$C_{20}H_{30}BrNO_3 \cdot H_2O$: 430.38

(1*R*, 3*r*, 5*S*)-3-[(*R**S*)-3-Hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-isopropyl-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide monohydrate [66985-17-9]

本品を乾燥したものは定量するとき, 臭化イプラトロピウム ($C_{20}H_{30}BrNO_3$: 412.37) 99.0 % 以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に溶けやすく, エタノール (99.5) にやや溶けやすく, アセトニトリル又は酢酸 (100) 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 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.5 である.

融点: 約 223 $^{\circ}$ C (分解, ただし乾燥後).

確認試験

(1) 本品 5 mg に発煙硝酸 0.5 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固する. 冷後, 残留物をアセトン 5 mL に溶かし, 水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加えるとき, 液は紫色を呈する.

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (3 \rightarrow 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, 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 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.

(4) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) は臭化物の定性反応を呈する.