

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.

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

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.

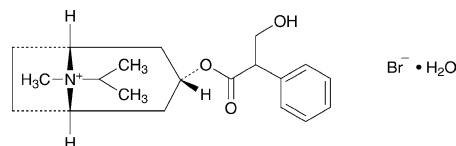
カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ジモルホラミン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 2.0 以上のものを用いる.

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-[(*RS*)-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長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.

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 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)。
- (4) ヒ素 本品 2.0 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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) を用いる (1 ppm 以下)。
- (5) 臭化イソプロピルアトロピン 本品 0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 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。イプラトロピウムのピーク面積 A_a 及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_b/(A_a + A_b)$ は 0.01 以下である。また、溶媒のピークの後から保持時間約 14 分の間に、イプラトロピウムのピーク及びイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 1.3 のピーク以外にピークを認めない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 10 ~ 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テシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：薄めたリン酸 (1 → 200) /アセトニトリル/メタンсульホン酸混液 (1000 : 120 : 1)

流量：イプラトロピウムの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100) を 100 °C で 1 時間加熱する。冷後、この液 2.5 mL に移動相を加えて 100 mL とする。この液 25 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イプラトロピウムのピークとイプラトロピウムに対する保持時間の比が約 0.6 のピークの分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 25 μ L から得たイプラトロピウムのピークが、フルスケールの 50 ~ 80 % になるように調整する。

- (6) アポ化合物 本品 0.14 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 mL とする。この液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行う。波長 246 nm 及び 263 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき、 A_1/A_2 は 0.91 以下である。

乾燥減量 3.9 ~ 4.4 % (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 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL に溶かし、1,4-ジオキサソ 40 mL 及び硝酸ビスマス試液 2.5 mL を加え 0.10 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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 41.24 \text{ mg } C_{20}H_{30}BrNO_3$$

貯法 容器 気密容器。

臭化カリウム

Potassium Bromide

KBr : 119.00

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化カリウム (KBr) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色又は白色の結晶、粒又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はグリセリンに溶けやすく、熱エタノール (95) にやや溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 10) はカリウム塩及び臭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 3 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、0.05 mol/L 硫酸 0.10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、沸騰するまで加熱した後、冷却するとき、液は無色である。

(3) 塩化物 定量法において、本品 1 g に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀液の量は 84.5 mL 以下である。

(4) 硫酸塩 本品 2.0 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 (0.024 % 以下)。

(5) ヨウ化物 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、塩化鉄 (III) 試液 2 ~ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色~紫色を呈しない。

(6) 臭素酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム試液 0.1 mL、デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 3 滴を加え、穏やかに振り混ぜ、5 分間放置するとき、液は青色を呈しない。

(7) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 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)。

(8) バリウム 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、希硫酸 0.5 mL 及び硫酸カリウム試液 1 mL を加え、10 分間放置するとき、混濁しない。

(9) 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)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 110 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、希硝酸 10 mL を加え、更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加えた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬：硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。