

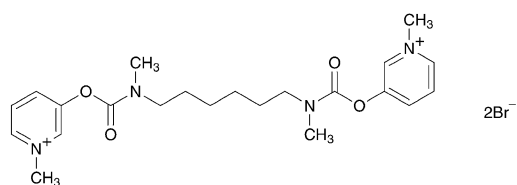
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 11.900 mg KBr

貯法 容器 気密容器

臭化ジスチグミン

Distigmine Bromide

ジスチグミン臭化物



$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$: 576.32

3,3'-[Hexamethylenebis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1-methylpyridinium) dibromide [15876-67-2]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化ジスチグミン ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、無水酢酸に溶けにくい。

本品の水溶液 (1 → 100) の pH は 5.0 ~ 5.5 である。

本品はやや吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

融点 : 約 150 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 25000) 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 → 10) 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.40 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.040 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、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。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。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用

セルロース (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 1-ブタノール/水/エタノール (99.5) /酢酸 (100) 混液 (8 : 3 : 2 : 1) を展開溶媒として約 13 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、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (8 : 1) 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法, 白金電極)。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 = 28.816 mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

臭化ジスチグミン錠

Distigmine Bromide Tablets

ジスチグミン臭化物錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する臭化ジスチグミン ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$: 576.32) を含む。

製法 本品は「臭化ジスチグミン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法の試料溶液につき、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 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示し、波長 239 ~ 243 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。臭化ジスチグミン ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 約 0.015 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用臭化ジスチグミン (別途水分を測定しておく) 約 0.03 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 270 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに 241 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する。

臭化ジスチグミン ($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) の量 (mg)

= 脱水物に換算した定量用臭化ジスチグミンの量 (mg)

$$\times \frac{A_{T2} - A_{T1}}{A_{S2} - A_{S1}} \times \frac{1}{2}$$

貯法 容器 気密容器。