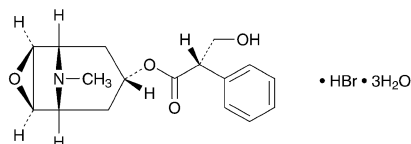


臭化水素酸スコポラミン

Scopolamine Hydrobromide

スコポラミン臭化水素酸塩

 $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$: 438.31(1*S*, 2*S*, 4*R*, 5*R*, 7*S*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate [6533-68-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化水素酸スコポラミン ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$: 384.26) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒、若しくは粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) 又は酢酸 (100) 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 1 mg に発煙硝酸 3 ~ 4 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は臭化物の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -24.0 ~ -26.0° (乾燥後, 0.5 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

融点 195 ~ 199°C (乾燥後, あらかじめ溶液を 180°C に加熱しておく)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.50 g を水 15 mL に溶かし、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき、液の色は緑色である。

(3) アポアトロピン 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かし、0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.60 mL を加え、5 分間放置するとき、液の赤色は消えない。

(4) 他のアルカロイド 本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし、試料溶液とする。

(i) 試料溶液 1 mL にアンモニア試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(ii) 試料溶液 1 mL に水酸化カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は白濁することがあっても少時の後、澄明となる。

乾燥減量 13.0 % 以下 [1.5 g, 初めデシケーター (シリカゲル) で 24 時間, 次に 105°C で 3 時間乾燥する]。

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、酢酸 (100) 10 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 40

mL を加え、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 = 38.426 mg $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$

貯法

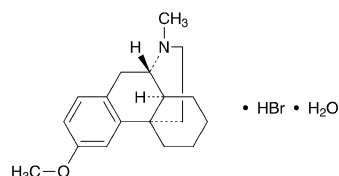
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

臭化水素酸デキストロメトルファン

Dextromethorphan Hydrobromide

デキストロメトルファン臭化水素酸塩

 $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$: 370.32(9*S*, 13*S*, 14*S*)-3-Methoxy-17-methylmorphinan

monohydrobromide monohydrate [6700-34-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化水素酸デキストロメトルファン ($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$: 352.31) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

融点: 約 126°C (116°C の溶液中に挿入し、1 分間に約 3°C 上昇するように加熱を続ける。)

確認試験

(1) 本品の水溶液 (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 → 100) 50 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、赤色を呈するまで、水酸化ナトリウム試液を加える。クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後、水層 40 mL をとり、希硝酸 5 mL を加えた液は、臭化物の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +26 ~ +30° (脱水物に換算したものの 0.34 g, 水 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.2 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) ジメチルアニリン 本品 0.50 g に水 20 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、希酢酸 2 mL, 亜硝酸ナト

リウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とするとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：N,N-ジメチルアニリン 0.10 g に水 400 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて 500 mL とする。この液 5 mL に水を加えて 200 mL とする。この液 1.0 mL に希酢酸 2 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び水を加えて 25 mL とする。

(3) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(4) フェノール性化合物 本品 5 mg に希塩酸 1 滴及び水 1 mL を加えて溶かし、塩化鉄 (III) 試液 2 滴及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜ、15 分間放置するとき、液は青緑色を呈しない。

(5) 類縁物質 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 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 5 μ L 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薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸エチル/メタノール/ジクロロメタン/13.5 mol/L アンモニア試液混液 (55 : 20 : 13 : 10 : 2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧した後、過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、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。

水分 4.0 ~ 5.5 % (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 10 mL に溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、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。

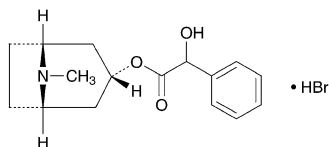
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.231 mg $C_{16}H_{21}NO \cdot HBr$

貯法 容器 密閉容器。

臭化水素酸ホマトロピン

Homatropine Hydrobromide

ホマトロピン臭化水素酸塩



$C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$: 356.25

(1*R*, 3*r*, 5*S*)-8-Methyl-8-azabicyclo[3.2.1]oct-3-yl [(*RS*)-2-hydroxy-2-phenyl]acetate monohydrobromide [51-56-9]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、臭化水素酸ホマトロピン ($C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、酢酸 (100) に溶けにくく、無水酢酸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。

本品は光によって変化する。

融点：約 214 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) 5 mL にヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし、2,4,6-トリニトロフェノール試液 3 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水 10 mL ずつで 5 回洗い、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 184 ~ 187 °C である。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) は臭化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL 及びメチルレッド・メチレンブルー試液 1 滴を加えるとき、液は緑色である。

(2) アトロピン、ヒヨスチアミン又はスコポラミン 本品 0.010 g に硝酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物を N,N-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈しない。

(3) 他のアルカロイド 本品 0.15 g を水 3 mL に溶かし、試料溶液とする。

(i) 試料溶液 1 mL にタンニン酸試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。

(ii) 試料溶液 1 mL に希塩酸及びヘキサクロロ白金 (IV) 酸試液それぞれ 2 ~ 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。

乾燥減量 1.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.25 % 以下 (0.2 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 (7 : 3) 60 mL を加え、加温して溶かす。冷後、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 = 35.625 mg $C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HBr$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。