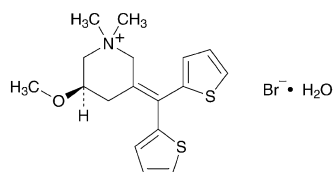


臭化チメピジウム

Timepidium Bromide

チメピジウム臭化物



及び鏡像異性体

 $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$: 418.41

(RS)-3-(Dithien-2-ylmethylene)-5-methoxy-1,1-dimethylpiperidinium bromide monohydrate

[35035-05-3, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム ($C_{17}H_{22}BrNOS_2$: 400.40) 98.5 % 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。

本品はメタノール又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、水又は無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 5.3 ~ 6.3 である。

本品のメタノール溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 1 mL にニンヒドリン・硫酸試液 1 mL を加えるとき、本品は赤紫色を呈する。

(2) 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。

(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 → 100) は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、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) 類縁物質 本品 0.10 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 100 mL 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 10 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 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水/酢酸 (100) /酢酸エチル混液 (5 : 4 : 1 : 1 : 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。

水分 3.5 ~ 5.0 % (0.4 g, 容量適定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (2 : 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)。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 = 40.04 mg $C_{17}H_{22}BrNOS_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

臭化ナトリウム

Sodium Bromide

NaBr : 102.89

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

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすい。

本品は吸湿性であるが、潮解しない。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 10) はナト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、0.005 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 97.9 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 を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし、ヨウ化カリウム試液 2 滴、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、液は混濁しない。

(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 5.0 % 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。

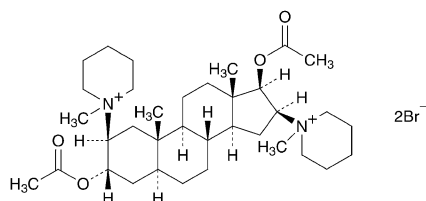
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 10.289 mg NaBr

貯法 容器 気密容器。

臭化パンクロニウム

Pancuronium Bromide

パンクロニウム臭化物



$C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$: 732.67

1,1'-(3 α ,17 β -Diacetoxy-5 α -androstan-2 β ,16 β -diyl)bis(1-methylpiperidinium) dibromide [15500-66-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化パンクロニウム ($C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$) 98.0 ~ 102.0 % 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、エタノール (95) 又は無水酢酸に溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +38 ~ +42° (脱水物に換算したもの 0.75 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品の水溶液 (1 → 100) の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に薄層クロマトグラフ用臭化ダクロニウム 5 mg を正確に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に

25 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) 2 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 2-プロパノール/アセトニトリル/ヨウ化ナトリウム溶液 (1 → 5) 混液 (17 : 2 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに亜硝酸ナトリウムのメタノール溶液 (1 → 100) を均等に噴霧し、2 分間放置した後、ヨウ化ビスマスカリウム試液を均等に噴霧するとき、標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (2) のスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。

水分 8.0 % 以下 (0.3 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 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL を加え、加温して溶かし、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 = 36.633 mg $C_{35}H_{60}Br_2N_2O_4$

貯法

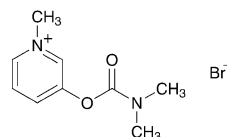
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

臭化ピリドスチグミン

Pyridostigmine Bromide

ピリドスチグミン臭化物



$C_9H_{13}BrN_2O_2$: 261.12

3-Dimethylcarbamoyloxy-1-methyl-pyridinium bromide [101-26-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ピリドスチグミン ($C_9H_{13}BrN_2O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水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、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

本品は潮解性である。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 10 mL に溶かし、ライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 0.6 mL を加えるとき、ジメチルアミンの不快なにおいを発する。