

に 50 mL とし、標準溶液 (1) とする。標準溶液 (1) 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 20 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のスコポラミンのピーク面積は標準溶液 (2) のピーク面積より大きくなく、かつ、試料溶液の最初に溶出するピーク並びにスコポラミン及びブチルスコポラミン以外のピーク面積はそれぞれ標準溶液 (1) のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外分光光度計 (測定波長：210 nm)。

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタシルシリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g に水 370 mL 及びメタノール 680 mL を加えて溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) で pH 3.6 に調整する。

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び臭化水素酸スコポラミン 5 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、スコポラミン、ブチルスコポラミンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 (2) 20 μ L から得たスコポラミンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：ブチルスコポラミンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (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 0.8 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL 及び無水酢酸 30 mL を加えて溶かし、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。

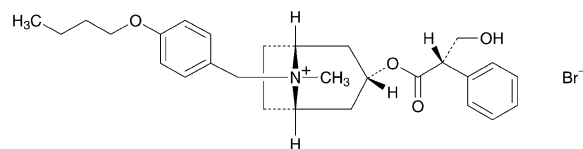
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.04 mg $C_{28}H_{38}BrNO_4$

貯法 容器 気密容器。

臭化ブトロピウム

Butropium Bromide

ブトロピウム臭化物



$C_{28}H_{38}BrNO_4$: 532.51

(1*R*, 3*r*, 5*S*)-8-(4-Butoxybenzyl)-3-[(2*S*)-hydroxy-2-phenylpropanoyloxy]-8-methyl-8-azoniabicyclo[3.2.1]octane bromide [29025-14-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ブトロピウム ($C_{28}H_{38}BrNO_4$) 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。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、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、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) 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 1 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。また、本品のメタノール溶液 (1 → 5000) 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 2 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) 本品のメタノール溶液 (1 → 20) は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -14.0 ~ -17.0° (乾燥後, 0.5 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をエタノール (95) 40 mL に溶かし、希酢酸 2 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。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク面積は標準溶液のピーク面積の $\frac{1}{4}$ より大きくなく、かつ、試料溶液の最初に溶出するピーク、ブトロピウムに対する保持時間の比が約 0.5 のピーク及びブトロピウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のブトロピウムのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 5 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 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15 g をアセトニトリル/0.005 mol/L 硫酸混液（3：2）1000 mL に溶かす。

流量：プロピウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.50 g をとり，エタノール（99.5）9 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて溶かし，70 °C で 15 分間加熱する。冷後，この液 1 mL に移動相を加えて 100 mL とする。この液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プロピウムのピークとプロピウムに対する保持時間の比が約 0.7 のピークとの分離度が 2.5 以上のものを用いる。

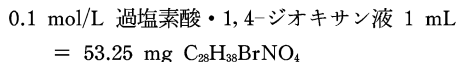
検出感度：標準溶液 5 μ L から得たプロピウムのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：プロピウムの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g，105 °C，3 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，ギ酸 5 mL に溶かし，無水酢酸 100 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサソ液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。



貯法

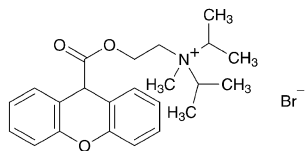
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

臭化プロパンテリン

Propantheline Bromide

プロパンテリン臭化物



$C_{23}H_{30}BrNO_3$: 448.39

N,N-Diisopropyl-*N*-methyl-*N*-[2-(xanthen-9-ylcarbonyloxy)ethyl]ammonium bromide [50-34-0]

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化プロパンテリン（ $C_{23}H_{30}BrNO_3$ ）98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で，においはな

く，味は極めて苦い。

本品は水，エタノール（95），酢酸（100）又はクロロホルムに極めて溶けやすく，無水酢酸にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

融点：約 161 °C（分解，ただし乾燥後）。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 → 20）5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え，沸騰するまで加熱し，更に 2 分間加熱を続けた後，60 °C に冷却し，希塩酸 5 mL を加える。冷後，沈殿をろ取り，水でよく洗い，希エタノールから再結晶し，105 °C で 1 時間乾燥するとき，その融点は 217 ~ 222 °C である。

（2）（1）で得た結晶 0.01 g を硫酸 5 mL に溶かすとき，液はさえた黄色～黄赤色を呈する。

（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 キサンテン-9-カルボン酸及びキサントン 本品 0.010 g をとり，クロロホルム 2 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする。別にキサンテン-9-カルボン酸 1.0 mg 及びキサントン 1.0 mg をとり，クロロホルム 40 mL を正確に加えて溶かし，標準溶液とする。これらの液につき，直ちに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 25 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し，10 分間風乾する。次に，1,2-ジクロロエタン/メタノール/水/ギ酸混液（56：24：1：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線を照射するとき，標準溶液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，それぞれ標準溶液のスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（2 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 1 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL に溶かし，0.1 mol/L 過素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。



貯法 容器 密閉容器。