

ル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(3:3:2:1)を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、80 °C で30 分間乾燥する。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及びベンゾフェノンに対応する位置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く、かつ、ベンゾフェノンに対応する位置のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。また、この薄層板にドラッグエンドルフ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(1)から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 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0.35 g を精密に量り、ギ酸2 mL を加えて溶かし、無水酢酸60 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。

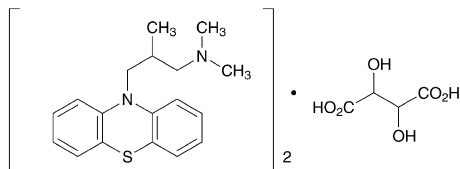
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.03 mg $C_{21}H_{29}BrNO_3$

貯法 容器 気密容器。

酒石酸アリメマジン

Alimemazine Tartrate

アリメマジン酒石酸塩



$(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$: 746.98

N,N-Dimethyl-*N*-[2-methyl-3-(phenothiazin-10-yl)propyl]amine hemitartrate [41375-66-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸アリメマジン $[(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(95)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 を水50 mL に溶かした液のpHは5.0 ~ 6.5である。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 → 100) 2 mL に塩化鉄(III)試液1滴を加えるとき、液は赤褐色を呈し、直ちに黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品1 g を水5 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液3 mL を加え、ジエチルエーテル10 mL ずつで2回抽出する[水層は(4)の試験に用いる]。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム3 g を加えて振り

混ぜた後、ろ過する。ろ液に空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発し、残留物をデシケーター(酸化リン(V))で16時間減圧乾燥するとき、その融点は66 ~ 70 °Cである。

(3) 本品の水溶液(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。

(4) (2)の水層を希酢酸で中和した液は酒石酸塩の定性反応(1)及び(2)を呈する。

融点 159 ~ 163 °C

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) 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) ヒ素 本品1.0 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 → 5)を用いる(2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 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)50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液2 mL)。ただし、滴定の終点は液の赤色が褐色を経て緑褐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
= 37.349 mg $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

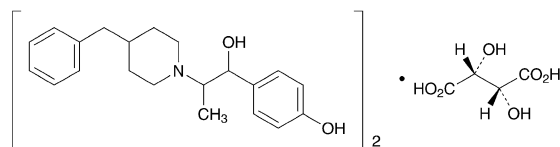
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

酒石酸イフェンプロジル

Ifenprodil Tartrate

イフェンプロジル酒石酸塩



$(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$: 800.98

(1*RS*, 2*SR*)-4-[2-(4-Benzylpiperidin-1-yl)-1-hydroxypropyl]phenol hemi-(2*R*, 3*R*)-tartrate [23210-58-4]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、酒石酸イフェンプロジル $[(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 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。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +11 ~ +15° (脱水物に換算したもの) 1.0 g, エタノール (95), 20 mL, 100 mm).

融点: 約 148 °C (分解)。

確認試験

(1) 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を比較するとき、同一波長のところと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と同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.4 g に水 40 mL を加え、加温して溶かす。冷後、この液にアンモニア試液 0.5 mL を加え、クロロホルム 40 mL ずつで 2 回抽出し、水層を分取する。水層 30 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。冷後、残留物を水 6 mL に溶かした液は、酒石酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.30 g を薄めたエタノール (3 → 4) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたエタノール (3 → 4) 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、酢酸エチル/ヘキサン/1-ブタノール/アンモニア水 (28) 混液 (140:40:20:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにヘキサクロロ白金 (IV) 酸・ヨウ化カリウム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 % 以下 (0.5 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 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 40.05 \text{ mg } (\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$$

貯法

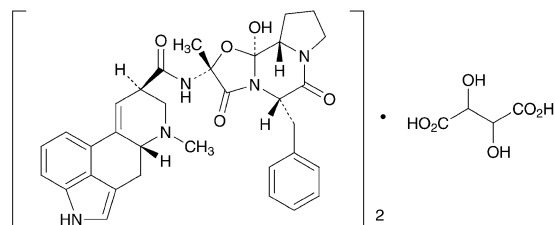
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

酒石酸エルゴタミン

Ergotamine Tartrate

エルゴタミン酒石酸塩



$(\text{C}_{33}\text{H}_{36}\text{N}_5\text{O}_6)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$: 1313.41

(5'S)-5'-Benzyl-12'-hydroxy-2'-methylergotaman-3',6',18-trione hemitartrate [379-79-3]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酒石酸エルゴタミン $[(\text{C}_{33}\text{H}_{36}\text{N}_5\text{O}_6)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6]$ 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色～微黄白色若しくは灰白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はエタノール (95) に溶けにくい。

融点: 約 180 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg を酢酸 (100) /酢酸エチル混液 (1:1) 10 mL に溶かし、この液 0.5 mL をとり、冷水中で振り混ぜながら硫酸 0.5 mL を加えて放置するとき、液は紫色を呈する。更にこの液に薄めた塩化鉄 (III) 試液 (1 → 12) 0.1 mL を加えるとき、液の色は青色～青紫色に変わる。

(2) 本品 1 mg を酒石酸溶液 (1 → 100) 5 mL に溶かし、この液 1 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄 (III) 試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。

旋光度 エルゴタミン塩基 $[\alpha]_D^{20}$: -155 ~ -165° 本品 0.35 g を L-酒石酸溶液 (1 → 100) 25 mL に溶かし、炭酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて穏やかにじゅうぶん振り混ぜ、エタノール不含クロロホルム 10 mL ずつで 4 回抽出する。各クロロホルム抽出液は順次、エタノール不含クロロホルムで潤した小ろ紙を用いて 50 mL のメスフラスコにろ過し、20 °C の水浴中に 10 分間放置した後、20 °C のエタノール不含クロロホルムを加えて 50 mL とする。この液につき、層長 100 mm で旋光度を測定する。別にこの液 25 mL を正確に量り、減圧、45 °C 以下で蒸発乾固する。残留物を酢酸 (100) 25 mL に溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 1 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.05 mol/L 過塩素酸の消費量と旋光度からエルゴタミン塩基の比旋光度を計算する。

$$0.05 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 29.084 \text{ mg } \text{C}_{33}\text{H}_{36}\text{N}_5\text{O}_6$$

純度試験 類縁物質 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.040 g を L-酒石酸の薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 1000) 10 mL に、よく振り混ぜて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量