

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

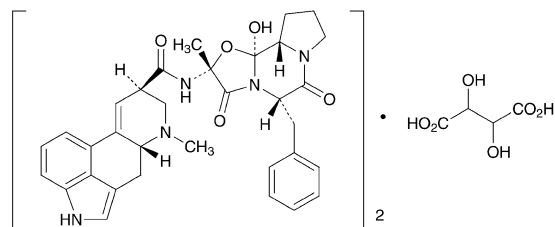
保存条件 遮光して保存する。

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

り、L-酒石酸の薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 1000) を加えて正確に 50 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/メタノール混液 (9 : 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 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド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。

乾燥減量 5.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 60 °C, 4 時間)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) /無水酢酸混液 (50 : 3) 15 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。

$$0.05 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 32.835 \text{ mg } (\text{C}_{33}\text{H}_{38}\text{N}_6\text{O}_5)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$$

貯法

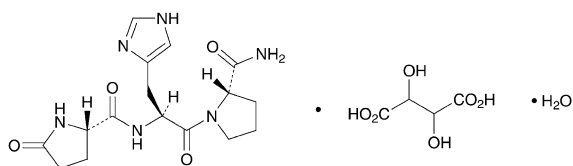
保存条件 遮光して、ほとんど全満するか、又は空気を「窒素」で置換して 5 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

酒石酸プロチレリン

Protirelin Tartrate

プロチレリン酒石酸塩



$\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_4 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O} : 530.49$

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide monotartrate monohydrate [24305-27-9, プロチレリン]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、酒石酸プロチレリン ($\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_4 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6 : 512.47$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色〜微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

融点: 約 187 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 1 mL に 4-ニトロベンゼンジアジニウムフルオロボレート溶液 (1 → 2000) 2 mL 及び pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.03 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、硫酸銅 (II) 試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈す

る。

(3) 本品 0.20 g をとり、6 mol/L 塩酸試液 5.0 mL を加え、還流冷却器を付け、7 時間煮沸する。冷後、この液 2.0 mL をとり、水浴上で蒸発乾固した後、残留物を水 2.0 mL に溶かし、試料溶液とする。別に L-グルタミン酸 0.022 g, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.032 g, L-プロリン 0.017 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 2.0 mL を加え、加温して溶かし、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 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 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸 (100) 混液 (4 : 1 : 1 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を 100 °C で 30 分間乾燥する。これに ニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧し、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た 3 個のスポットは、標準溶液から得たそれぞれに対応するスポットと色調及び R_f 値が等しい。

(4) 本品の水溶液 (1 → 40) は酒石酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -50.0 ~ -53.0° (脱水物に換算して 0.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

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) ヒ素 本品 1.0 g を磁製のるつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もし、この方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 他のペプチド及び遊離アミノ酸 本品 0.60 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 (1) に、試料溶液 5 μ L 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 (2) にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (6 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 °C で 30 分間乾燥する。薄層板 (1) にスルファニル酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 200) /亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 混液 (1 : 1) を均等に噴霧した後、風乾する。次に炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1 → 10) 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。また、薄層板 (2) にニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、80 °C で