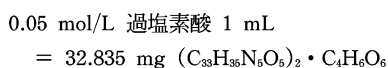


り、L-酒石酸の薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 1000) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

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。



貯法

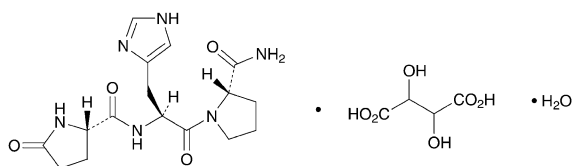
保存条件 遮光して、ほとんど全満するか、又は空気を「窒素」で置換して 5 °C 以下で保存する。

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 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 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 $[\alpha]_D^{25} : -50.0 \sim -53.0^\circ$ (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り、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 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 (1) に、試料溶液 5 μL 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

5 分間加熱するとき、着色したスポットを認めない。
水分 4.5 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定).
強熱残分 0.20 % 以下 (0.5 g).

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL を加え、加温して溶かし、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.

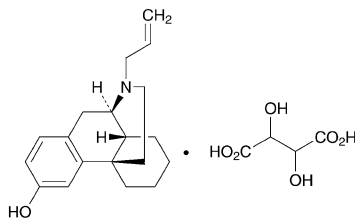
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 51.25 mg $C_{16}H_{22}N_6O_4 \cdot C_4H_6O_6$.

貯法 容器 密閉容器.

酒石酸レバロルファン

Levallorphan Tartrate

レバロルファン酒石酸塩



$C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$: 433.49

17-Allyl-3-hydroxymorphinan monotartrate [71-82-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸レバロルファン ($C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色〜微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又は酢酸 (100) にやや溶けやすく、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。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (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) 本品を乾燥し、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 → 30) は酒石酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-37.0 \sim -39.2^\circ$ (乾燥後, 0.2 g, 水, 10 mL, 100 mm).

pH 本品 0.2 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.3 ~ 3.8 である。

融点 174 ~ 178 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.2 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 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)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 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 100 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 20 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。次にメタノール/アンモニア試液混液 (200 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェ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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 80 °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 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 30 mL に溶かし、0.1 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 2 滴). 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 = 43.35 mg $C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$

貯法 容器 密閉容器.

酒石酸レバロルファン注射液

Levallorphan Tartrate Injection

レバロルファン酒石酸塩注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する酒石酸レバロルファン ($C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$: 433.49) を含む。

製法 本品は「酒石酸レバロルファン」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色透明の液である。

pH : 3.0 ~ 4.5

確認試験 本品の表示量に従い「酒石酸レバロルファン」3 mg に対応する容量を正確に量り、水 5 mL 及び希塩酸 2 滴を加え、ジエチルエーテル 15 mL ずつで 5 回激しく振り混ぜて洗う。水層をとり、水浴上で加温して残存するジエチルエーテルを蒸発し、冷後、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の酒石酸レバロルファン ($C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$) 約 2 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用酒石酸レバロルファンを 80 °C で 4 時間減圧乾燥 (酸化リン (V)) し、その約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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い、内標準物質のピーク面積に対するレバロルファンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

酒石酸レバロルファン ($C_{19}H_{26}NO \cdot C_4H_6O_6$) の量 (mg)

$$= \text{定量用酒石酸レバロルファンの量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{50}$$