

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品5mgに硫酸2mLを加え、5分間振り混ぜて溶かすとき、液は暗赤色を呈する。この液に硫酸30mLを追加するとき、液はだいだい黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品1mgを薄めた硫酸(7→10)50mLに溶かし、50°Cの水浴中で40分間加温する。冷後、この液につき、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) 本品を40°Cに加温して液状としたものにつき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +24 \sim +31^\circ$ (0.2g, エタノール(99.5), 10mL, 100mm).

純度試験

(1) 溶状 本品0.20gをエタノール(99.5)5mLに溶かすとき、液は無色～微黄色透明である。

(2) 類縁物質 本品0.010gをメタノール2mLに溶かし、更に水を加えて10mLとし、試料溶液とする。試料溶液3mLを正確に量り、薄めたメタノール(1→5)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL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、試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロスト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：205nm）

カラム：内径約5mm、長さ約15cmのステンレス管に5μm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：25°C付近の一定温度

移動相：0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液(5:2)

流量：ジノプロストの保持時間が約20分となるように調整する。

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル0.01gずつをメタノール2mLに溶かし、更に水を加えて10mLとする。この液1mLをとり、薄めたメタノール(1→5)を加えて30mLとした液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸イソプロピル、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度が2.5以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの5～15%になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジノプロストの保

持時間の約1.5倍の範囲

水分 0.5%以下(0.3g、容量滴定法、直接滴定)。

定量法 本品約0.05gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド30mLに溶かし、窒素気流中で0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1mL
= 7.090 mg C₂₀H₃₄O₆

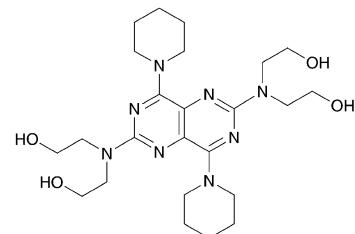
貯 法

保存条件 遮光して、5°C以下で保存する。

容器 気密容器。

ジピリダモール

Dipyridamole



C₂₄H₄₀N₈O₄ : 504.63

2,2',2'',2'''-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]-pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol [58-32-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジピリダモール(C₂₄H₄₀N₈O₄)98.5%以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品5mgを硫酸2mLに溶かし、硝酸2滴を加えて振り混ぜるとき、液は濃紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール/塩酸混液(99:1)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。

(3) 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。

融点 165～169°C

純度試験

(1) 溶状 本品0.5gをクロロホルム10mLに溶かすとき、液は黄色透明である。

(2) 重金属 本品2.0g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2.0mLを加える(10

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 (2 ppm 以下).

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 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 20 μL 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、試料溶液のジビリダモール以外のピークの合計面積は、標準溶液のジビリダモールのピーク面積より大きくなり。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタ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：リン酸二水素カリウム 0.2 g を水 200 mL に溶かし、メタノール 800 mL を加える。

流量：ジビリダモールの保持時間が約 4 分になるよう調整する。

カラムの選定：本品 7 mg 及びテルフェニル 3 mg をとり、メタノール 50 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ジビリダモール、テルフェニルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たジビリダモールのピーク高さが 2 ~ 6 mm になるように調整する。

面積測定範囲：ジビリダモールの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 0.2 % 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 0.6 g を精密に量り、メタノール 70 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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 50.46 \text{ mg C}_{24}\text{H}_{40}\text{N}_8\text{O}_4$$

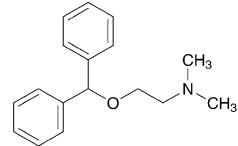
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



C₁₇H₂₁NO : 255.35

N-(2-Benzhydryloxyethyl)-N,N-dimethylamine [58-73-1]

本品は定量するとき、ジフェンヒドラミン (C₁₇H₂₁NO) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色～黄色澄明の液で、特異なにおいがあり、味は初め舌をやくようであり、後にわずかに舌を麻ひする。

本品は無水酢酸、酢酸 (100)、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

本品は水に極めて溶けにくい。

沸点：約 162 °C (減圧・0.67 kPa)。

屈折率 n_D²⁰ : 約 1.55

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に硫酸 2 mL を加えるとき、直ちにだいだい赤色の沈殿を生じ、放置するとき、赤褐色に変わる。これに注意して水 2 mL を加えるとき、色の濃さは変わらないが、色調は変化しない。

(2) 本品 0.1 g を希エタノール 10 mL に溶かし、2,4,6-トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え、氷冷する。析出した結晶をろ取し、希エタノールから再結晶し、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 128 ~ 133 °C である。

比重 d₂₀²⁰ : 1.013 ~ 1.020

純度試験

(1) β-ジメチルアミノエタノール 本品 1.0 g をジエチルエーテル 20 mL に溶かし、水 10 mL ずつとよく振り混ぜて 2 回抽出する。水抽出液を合わせ、フェノールフタレン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 1.0 mL を加えるとき、液は赤色を呈しない。

(2) ベンズヒドロール 本品 1.0 g を分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル 20 mL に溶かし、薄めた塩酸 (1 → 15) 25 mL ずつでよく振り混ぜて 2 回抽出する。ジエチルエーテル層を分取し、水浴上で徐々に蒸発し、残留物をデシケーター（シリカゲル）で 2 時間減圧乾燥するとき、その量は 0.020 g 以下である。

(3) 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)。

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、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 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。