

## 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（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  
 IC 5  $\mu\text{m}$  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：ブトロビ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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ブトロビウムのピークとブトロビ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  $\mu\text{L}$  から得たブトロビ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：ブトロビ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-ジオキサン液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸} \cdot 1,4\text{-ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 53.25 \text{ mg C}_{28}\text{H}_{38}\text{BrNO}_4 \end{aligned}$$

## 貯 法

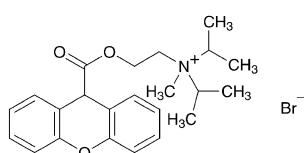
保存条件 遮光して保存する。

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



$\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{BrNO}_3$  : 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 ( $\text{C}_{28}\text{H}_{38}\text{BrNO}_3$ ) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性 状 本品は白色～帯黃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、沈殿をろ取し、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  $\mu\text{L}$  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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 44.84 \text{ mg C}_{28}\text{H}_{38}\text{BrNO}_3$$

貯 法 容 器 密閉容器。