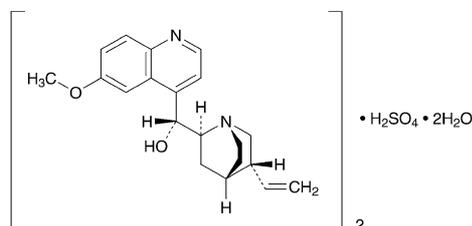


硫酸キニーネ

Quinine Sulfate

キニーネ硫酸塩



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O : 782.94$

(8*S*, 9*R*)-6'-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate monohydrate [6119-70-6]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、硫酸キニーネ $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 : 746.91]$ 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は極めて苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又はクロロホルムに溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に褐色となる。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 20000) 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長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は、硫酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : -235 \sim -245^\circ$ (乾燥後, 0.5 g, 0.1 mol/L 塩酸, 25 mL, 100 mm).

pH 本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液の pH は 5.5 ~ 7.0 である。

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) **クロロホルム・エタノール不溶物** 本品 2.0 g にクロロホルム/エタノール (99.5) 混液 (2 : 1) 15 mL を加えて 50 °C で 10 分間加温し、冷後、質量既知のガラスろ過器 (G4) を用いて弱く吸引ろ取し、残留物をクロロホルム/エタノール (99.5) 混液 (2 : 1) 10 mL ずつで 5 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 2.0 mg 以下である。

(3) **類縁物質** 本品 0.020 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にシンコニジン 0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とす

る。この液 2 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 50 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う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により硫酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき、5 % 以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のシンコニジン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：235 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μ 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。

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液 (1 → 10) 混液 (43 : 5 : 1 : 1)

流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。この液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、キニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキニーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 50 μ L から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ~ 10 mm 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キニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 3.0 ~ 5.0 % (1 g, 105 °C, 3 時間)。

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) 20 mL に溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、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)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑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
= 24.897 mg $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器