

試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

(ii) ジシクロヘキシルウレア 本品 0.20 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用ジシクロヘキシルウレア 0.020 g をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 20 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  $\mu$ 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し、30 分以上風乾する。次に酢酸エチル/メタノール/シクロヘキサン/アンモニア水 (28) 混液 (6 : 2 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 120 °C で 10 分間加熱する。これにバニリン硫酸試液を均等に噴霧した後、120 °C で 10 分間加熱するとき、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、標準溶液のスポットより濃くない。

(iii) その他の類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL ずつを正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 mL 及び 25 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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  $\mu$ 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する。次に酢酸エチル/メタノール/シクロヘキサン/アンモニア水 (28) 混液 (6 : 2 : 1 : 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。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、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 (1) から得たスポットより濃くなく、標準溶液 (2) から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 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 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、水 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に水 19 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

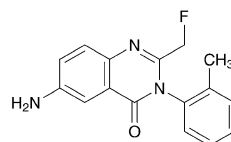
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.440 \text{ mg } C_{15}H_{20}N_2O_4S$$

貯法 容器 密閉容器。

## アフロクアロン

Afloqualone

アフロクアロン



$C_{16}H_{14}FN_3O$  : 283.30

6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3H-quinazolin-4-one  
[56287-74-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、アフロクアロン ( $C_{16}H_{14}FN_3O$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点 : 約 197 °C (分解)。

### 確認試験

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 150000) 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。

### 純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g を遮光した容器にとり、新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL にプロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は青色に変わる。

(2) 重金属 本品 2.0 g を白金るつぼにとり、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)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 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 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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。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、試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない。

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に

5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40  $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 7.2 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1  $\rightarrow$  10) を加えて pH を 5.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える。

流量：アフロクアロンの保持時間が約 5.5 分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アフロクアロンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とする。この液 20  $\mu\text{L}$  から得たアフロクアロンのピーク面積が、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：本品 0.01 g を移動相に溶かし、パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1  $\rightarrow$  2000) 5 mL を加えた後、移動相を加えて 100 mL とする。この液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、アフロクアロン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アフロクアロンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60  $^{\circ}\text{C}$ , 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液 (3  $\rightarrow$  10) 10 mL を加え、15  $^{\circ}\text{C}$  以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定終点検出法の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定する。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.330 \text{ mg } \text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$$

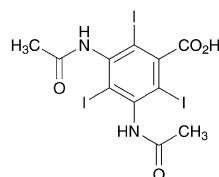
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## アミドトリゾ酸

Amidotrizoic Acid



$\text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$  : 613.91

3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triodobenzoic acid [117-96-4]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アミドトリゾ酸 ( $\text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(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に同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.20 g をとり、水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  100) 4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、1 分間放置した後、 $\alpha$ -ナフトールのエタノール (95) 溶液 (1  $\rightarrow$  10) 0.4 mL、水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 485 nm における吸光度は 0.15 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし、更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をネスラー管にとり、エタノール (95) を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、エタノール (95) を加えて 50 mL とする。

(4) ヨウ素 本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無