

アミン混液 (99 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (99 : 1) 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 10 μ 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。次にジエチルエーテル/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (100 : 70 : 40 : 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 2.0 ~ 3.5 % (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 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 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (6 : 1) 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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.700 mg $C_{28}H_{37}ClN_4O \cdot 2HCl$

貯法

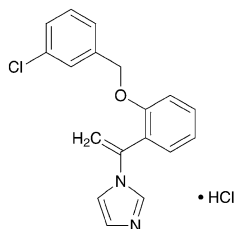
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸クロコナゾール

Croconazole Hydrochloride

クロコナゾール塩酸塩



$C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$: 347.24

1-[1-[2-(3-Chlorobenzoyloxy)phenyl]vinyl]-1H-imidazole monohydrochloride [77174-66-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロコナゾール ($C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100)、メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 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塩化カリ

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 0.05 g を水 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、更にジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜる。水層を分取し、ジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、希硝酸 2 mL を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応を呈する。

融点 148 ~ 153 °C

純度試験

(1) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かし試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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 10 μ 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/ヘキサン/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (30 : 15 : 5 : 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及び原点の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, 60 °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 0.6 g を精密に量り、酢酸 (100) 10 mL に溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : マラカイトグリーンシユウ酸塩の酢酸 (100) 溶液 (1 \rightarrow 100) 1 ~ 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の青緑色が緑色を経て黄緑色になるときとする。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 = 34.724 mg $C_{18}H_{15}ClN_2O \cdot HCl$

貯法

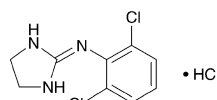
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸クロニジン

Clonidine Hydrochloride

クロニジン塩酸塩



$C_9H_8Cl_2N_3 \cdot HCl$: 266.55

2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine monohydrochloride [4205-91-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロニジン ($C_9H_8Cl_2N_3 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノール (95) にやや溶けやすく、酢酸 (100) に溶けにくく、無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 5 mL にドラージェンドルフ試液 6 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (3 → 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。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の塩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。
- (4) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ～ 5.5 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 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) ヒ素 本品 0.5 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 (4 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 20 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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 2 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。次にトルエン/1,4-ジオキサン/エタノール (99.5) /アンモニア水 (28) 混液 (10 : 8 : 2 : 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。これを 100 °C で 1 時間乾燥した後、次亜塩素酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、15 分間風乾する。これにヨウ化カリウムデンプン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及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くなく、かつ主スポット及び原点のスポット以外のスポットのうち標準溶液 (1) から得たスポットより濃いスポットは 3 個以下である。

乾燥減量 0.5 % 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 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 30 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 70 mL を加え、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。

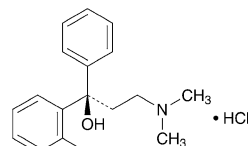
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.655 mg C₁₇H₂₀ClNO₃ · HCl

貯法 容器 気密容器。

塩酸クロフェダノール

Clofedanol Hydrochloride

クロフェダノール塩酸塩



及び鏡像異性体

C₁₇H₂₀ClNO₃ · HCl : 326.26

(*RS*)-1-(2-Chlorophenyl)-3-dimethylamino-1-phenylpropan-1-ol monohydrochloride [511-13-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロフェダノール (C₁₇H₂₀ClNO₃ · HCl) 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ある。

本品はメタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、水にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点 : 約 190 °C (分解, ただし乾燥後)。

確認試験

- (1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 2500) 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 → 100) は塩化物の定性反応を呈する。

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) 類縁物質 本品 0.05 g をメタノール 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 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。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、試料溶液のクロフェダノール以外のピークの合計面積は、標準溶液のクロフェダノール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 : 220 nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 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。

カラム温度 : 40 °C 付近の一定温度

移動相 : メタンスルホン酸カリウム 1.34 g を薄めたり