

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 μL 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。

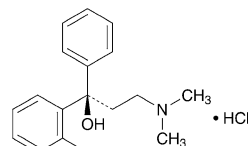
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.655 mg C₁₇H₂₀ClNO₃ · HCl

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 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 μm 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

ン酸 (1 → 1000) に溶かし、1000 mL とする。この液 650 mL にメタノール 350 mL を加える。

流量：クロフェダノールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 0.01 g ずつをメタノールに溶かし、100 mL とする。この液 3 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロフェダノール、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 3 μL から得たクロフェダノールのピーク高さがフルスケールの 20 ~ 50 % 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クロフェダノールの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 80 °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 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 15 mL に溶かし、無水酢酸 35 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。

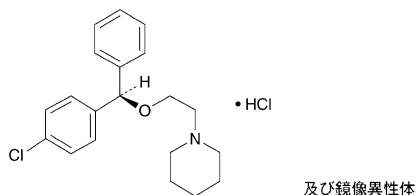
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.626 mg C₁₇H₂₀ClNO · HCl

貯法 容器 気密容器

塩酸クロペラスチン

Cloperastine Hydrochloride

クロペラスチン塩酸塩



C₂₀H₂₄ClNO · HCl : 366.32

1-{2-[(RS)-(4-Chlorophenyl)phenylmethoxy]ethyl}-piperidine monohydrochloride [14984-68-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロペラスチン (C₂₀H₂₄ClNO · 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。

本品は水、メタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすい。

本品の水溶液 (1 → 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.1 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 1 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。また、本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 62500) 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 2 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) 本品の水溶液 (1 → 100) 10 mL にアンモニア試液 2 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、水層を分取し、ジエチルエーテル 20 mL で洗い、ろ過する。ろ液に希硝酸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 148~152 °C

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.040 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 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、試料溶液のクロペラスチンに対する保持時間の比が約 0.8 及び約 3.0 のピーク的面積は、それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積より大きくなく、かつ、保持時間の比が約 2.0 のピーク的面積は標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の $\frac{5}{3}$ より大きくない。また、試料溶液のクロペラスチン及び上記のピーク以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の $\frac{3}{5}$ よりも大きくない。更に、それらのピークの合計面積は、標準溶液のクロペラスチンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：222 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：メタノール/0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液/過塩素酸混液 (500 : 250 : 1)

流量：クロペラスチンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.03 g 及びベンゾフェノン 0.04 g を移動相 100 mL に溶かす。この液 2.0 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロペラスチン、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たクロペラスチンのピーク高さがフルスケールの約 30 % 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クロペラスチンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 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 0.5 g を精密に量り、無水