

確認試験

- (1) 本品 5 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。
- (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 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。
- (2) 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)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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。ただし、操作法における薄めた塩酸 (1 → 2) の加える量を 20 mL とする (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール (7 → 10) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたエタノール (7 → 10) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めたエタノール (7 → 10) を加えて正確に 10 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 5 μL 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。風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 100 °C で 30 分間乾燥する。冷後、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。また、この薄層板をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは、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, 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、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: ニュートラルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液の赤色が紫色を経て青紫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。

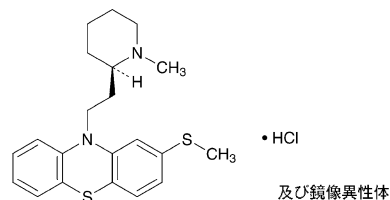
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.230 mg C₂₁H₂₆ClN₂S₂ · HCl

貯法 容器 密閉容器。

塩酸チオリダジン

Thioridazine Hydrochloride

チオリダジン塩酸塩



C₂₁H₂₆N₂S₂ · HCl : 407.04

10-{2-[(*RS*)-1-Methylpiperidin-2-yl]ethyl}-2-methylsulfanyphenothiazine monohydrochloride [130-61-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸チオリダジン (C₂₁H₂₆N₂S₂ · HCl) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

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

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.2 ~ 5.2 である。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は濃青色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g を水 2 mL に溶かし、硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈し、この色は過量の試液を加えると消える。
- (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 → 100) 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱し、冷後ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

融点 159 ~ 164 °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) ヒ素 本品 1.0 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 (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本操作は、直射日光を避けて行う。本品 0.10 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 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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 5 μL 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。次にクロロホルム/2-プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (74 : 25 : 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 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 0.35 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (1 : 1) 80 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 = 40.70 mg $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{S}_2 \cdot \text{HCl}$

貯法

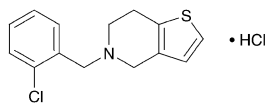
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸チクロピジン

Ticlopidine Hydrochloride

チクロピジン塩酸塩



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClNS} \cdot \text{HCl}$: 300.25

5-(2-Chlorobenzyl)-4,5,6,7-tetrahydrothieno[3,2-c]-pyridine monohydrochloride [53885-35-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸チクロピジン ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClNS} \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) 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。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 3 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) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 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 (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.5 g を塩酸のメタノール溶液 (1 → 20000) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 5

mL を正確に量り、塩酸のメタノール溶液 (1 → 20000) を加えて正確に 200 mL とした液を標準溶液 (1) とする。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、塩酸のメタノール溶液 (1 → 20000) を加えて正確に 50 mL とした液を標準溶液 (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 (1) 10 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 (1) に、試料溶液及び標準溶液 (2) 10 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 (2) にスポットする。次に水/1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (5 : 4 : 1) の上層を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。薄層板 (1) にニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、100 °C で 20 分間加熱するとき、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い。また、薄層板 (2) をヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、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 (2) から得たスポットより濃くない。

(4) ホルムアルデヒド 本品 0.80 g を水 19.0 mL に溶かし、4 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL を加え、よく振り混ぜる。この液を遠心分離し、上層をろ過する。ろ液 5.0 mL をとり、アセチルアセトン試液 5.0 mL を加えて混和した後、40 °C で 40 分間加温するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：ホルムアルデヒド液 0.54 g を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 8.0 mL に水を加えて 20.0 mL とし、ろ過する。ろ液 5.0 mL をとり、アセチルアセトン試液 5.0 mL を加え、以下同様に操作する。

水分 1.0 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 20 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 (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

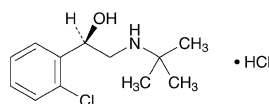
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.025 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClNS} \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ツロブテロール

Tulobuterol Hydrochloride

ツロブテロール塩酸塩



及び鏡像異性体

$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$: 264.19

(*RS*)-2-*tert*-Butylamino-1-(2-chlorophenyl)ethanol monohydrochloride [56776-01-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ツロブテロール