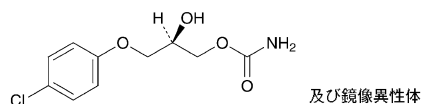


カルバミン酸クロルフェネシン

Chlorphenesin Carbamate

クロルフェネシンカルバミン酸エステル

 $C_{10}H_{12}ClNO_4$: 245.66(RS)-3-(4-Chlorophenoxy)-2-hydroxypropyl carbamate
[886-74-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_4$) 98.0 ~ 102.0 % 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、味はわずかに苦い。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はピリジンに溶けやすく、2-プロパノールにやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水に溶けにくく、ヘキサンにほとんど溶けない。

本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (3 → 200000) 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) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 88 ~ 91 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をエタノール (95) 20 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール (95) 20 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 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

(i) クロルフェネシン-2-カルバメート 本品 0.10 g を液体クロマトグラフ用ヘキサン/2-プロパノール混液 (7 : 3) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 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。カルバミン酸クロルフェネシンのピーク面積 A_a 及びクロルフェネシン-2-カルバメートのピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は 0.007 より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用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：液体クロマトグラフ用ヘキサン/2-プロパノール/酢酸 (100) 混液 (700 : 300 : 1)

流量：カルバミン酸クロルフェネシンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、液体クロマトグラフ用ヘキサン/2-プロパノール混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL にした液 10 μ L から得たカルバミン酸クロルフェネシンのピーク高さがフルスケールの 20 ~ 40 % になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.1 g をメタノールに溶かし、50 mL とし、この液 25 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え、60 °C で 20 分間加温する。この液 20 mL をとり、1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、酢酸エチル 20 mL を加えてよく振り混ぜ、静置して、酢酸エチル層を分取する。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェネシン、カルバミン酸クロルフェネシン、クロルフェネシン-2-カルバメートの順に溶出し、カルバミン酸クロルフェネシンの保持時間に対するクロルフェネシン及びクロルフェネシン-2-カルバメートの保持時間の比は、約 0.7 及び約 1.2 であり、クロルフェネシンとカルバミン酸クロルフェネシンの分離度が 2.0 以上のものを用いる。

(ii) その他の類縁物質 本品 0.10 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (95) 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 50 μ L 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。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (17 : 2 : 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。これをヨウ素蒸気中に 20 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 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、ピリジン 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を正確に加え、70 °C で 40 分間加温する。冷後、エタノール (95) 100 mL を加え、過量の水酸化カリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬：チモールブルー試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の青色が青緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL
= 24.566 mg $C_{10}H_{12}ClNO_4$

貯法 容器 気密容器