

ール (95) にやや溶けにくく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 115 °C

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 200) 2 mL にライネック塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 50000) 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又はクエン酸クロミフェン標準品について同様に操作して得られた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) 本品のメタノール溶液 (1 → 200) はクエン酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 30 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 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)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.10 g に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、ジエチルエーテル 15 mL ずつで 3 回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ、水 20 mL で洗った後、ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 10 g を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過し、ジエチルエーテルを留去する。残留物をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。保持時間 20 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は 0.3 ~ 0.5 である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm, 長さ約 1 m の管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを 125 ~ 150 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：195 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：クエン酸クロミフェンの 2 つのピークのうち先に流出するピークの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、2 つのピークの分離度が 1.3 以上のものを用いる。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。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 = 59.81 mg $C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

クエン酸クロミフェン錠

Clomifene Citrate Tablets

クロミフェンクエン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するクエン酸クロミフェン ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$; 598.08) を含む。

製法 本品は「クエン酸クロミフェン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クエン酸クロミフェン」1 g に対応する量を取り、クロロホルム 100 mL を加えて激しく振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で濃縮し、室温で放置した後、析出する結晶をろ取りし、少量のクロロホルムで洗う。この結晶につき、「クエン酸クロミフェン」の確認試験 (1) 及び (3) を準用する。

(2) (1) の結晶の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 50000) 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するとき、波長 233 ~ 237 nm 及び 290 ~ 294 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。クエン酸クロミフェン ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液の一部をとり、遠心分離した後、上澄液 4 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にクエン酸クロミフェン標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

クエン酸クロミフェン ($C_{26}H_{28}ClNO \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)
= クエン酸クロミフェン標準品の量 (mg) $\times \frac{A_T}{A_S}$

貯法 容器 気密容器。