

流量：メチ克蘭の保持時間が約2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メチル 0.02 g ずつをアセトニトリルに溶かし、100 mL とする。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

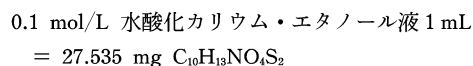
検出感度：標準溶液 2 μ L から得たメチ克蘭のピーク高さがフルスケールの 20 ~ 50 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後ろからメチ克蘭の保持時間の約 10 倍の範囲

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)。

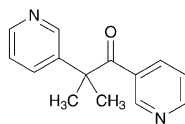
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法 容器 密閉容器。

メチラポン

Metyrapone



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}$: 226.27

2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one [54-36-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、メチラポン ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール (95)、無水酢酸、クロロホルム、ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく、水にやや溶けにくい。

本品は 0.5 mol/L 硫酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(2) 本品の 0.5 mol/L 硫酸試液溶液 (1 → 100000) 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。

融点 50 ~ 54 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 5 mL に溶かすとき、

液は無色～微黄色澄明である。

(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)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 5 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 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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 2 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。次にクロロホルム/メタノール混液 (15 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を温風で約 15 分間乾燥する。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, 減圧, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ニトロベンゼン 10 mL 及び無水酢酸 40 mL を加えて溶かし、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。



貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。