

0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu$ 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。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により塩酸ジヒドロキニーネの量を求めるとき、10.0 % 以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のシンコニジンのピーク面積より大きくない。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）  
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管  
 IC 10  $\mu$ m 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：室温  
 移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液（1 → 10）混液（43:5:1:1）  
 流量：キニーネの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び硫酸キニジン 10 mg ずつをメタノール 5 mL に溶かし、更に移動相を加えて 50 mL とする。この液 50  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、キニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキニーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 50  $\mu$ L から得たシンコニジンのピーク高さが 5 ~ 10 mm 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キニーネの保持時間の約 2 倍の範囲

(5) 硫酸呈色物 本品 0.25 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 M より濃くない。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 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、無酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 100 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（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 = 18.044 mg C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> • HCl

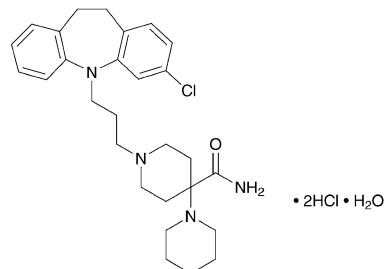
#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

## 塩酸クロカプラミン

Clocapramine Hydrochloride  
 クロカプラミン塩酸塩



C<sub>28</sub>H<sub>37</sub>ClN<sub>4</sub>O • 2HCl • H<sub>2</sub>O : 572.01

1-[3-(3-Chloro-10,11-dihydro-5H-dibenzo[b,f]azepin-5-yl)propyl][1,4]bipiperidine-4'-carboxamide dihydrochloride monohydrate [28058-62-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロカプラミン (C<sub>28</sub>H<sub>37</sub>ClN<sub>4</sub>O • 2HCl : 553.99) 98.0 % 以上を含む。

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、味は苦い。

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にくく、エタノール (95)、クロロホルム又はイソプロピルアミンに溶けにくく、無水酢酸又はジエチルエーテルにはほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 260 °C (分解、乾燥後)。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2500) 5 mL に硝酸 1 mL を加えるとき、液の色は初め青色を呈し、直ちに濃くなり、更に緑色～黄緑色に変わる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 40000) 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) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム鉛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 0.1 g に水 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する。ろ液に硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

#### 純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.5 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(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) 類縁物質 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をクロロホルム/イソプロピル

アミン混液(99:1)10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルム/イソプロピルアミン混液(99:1)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチルエーテル/酢酸エチル/メタノール/アンモニア水(28)混液(100:70:40:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)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 2.0～3.5% (0.5g, 減圧・0.67kPa以下, 酸化リン(V), 105°C, 4時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(6:1)70mLに溶かし、0.1mol/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。

0.1mol/L過塩素酸1mL = 27.700mg C<sub>28</sub>H<sub>37</sub>ClN<sub>4</sub>O・2HCl

#### 貯 法

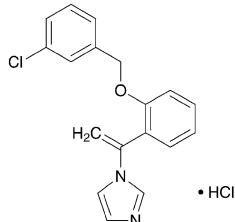
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

### 塩酸クロコナゾール

Croconazole Hydrochloride

クロコナゾール塩酸塩



C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O・HCl : 347.24

1-{1-[2-(3-Chlorobenzyl)oxy]phenyl}vinyl-1H-imidazole monohydrochloride [77174-66-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロコナゾール(C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O・HCl)98.5%以上を含む。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1→20000)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0.05gを水10mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液2mLを加え、更にジエチルエーテル20mLを加えて振り混ぜる。水層を分取し、ジエチルエーテル10mLずつで2回洗い、希硝酸2mL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 148～153°C

#### 純度試験

(1) 重金属 本品1.0gをとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)。

(2) 類縁物質 本品0.050gをメタノール10mLに溶かし試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン/メタノール/アンモニア水(28)混液(30:15:5:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254mm)を照射するとき、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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 60°C, 4時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸(100)10mLに溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(指示薬: マラカイトグリーンシュウ酸塩の酢酸(100)溶液(1→100)1～2滴)。ただし、滴定の終点は液の青緑色が緑色を経て黄緑色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL = 34.724mg C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>ClN<sub>2</sub>O・HCl

#### 貯 法

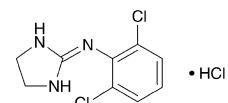
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

### 塩酸クロニジン

Clonidine Hydrochloride

クロニジン塩酸塩



C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>・HCl : 266.55

2-(2,6-Dichlorophenylimino)imidazolidine monohydrochloride [4205-91-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロニジン(C<sub>9</sub>H<sub>9</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>・HCl)99.0%以上を含む。