

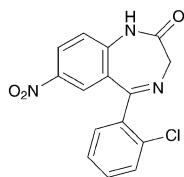
たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。
乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間).
強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).
定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い、補正する.
 $0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 34.484 \text{ mg C}_{22}\text{H}_{17}\text{ClN}_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する.
容 器 密閉容器.

クロナゼパム

Clonazepam



$\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}_3$: 315.71
 5-(2-Chlorophenyl)-1,3-dihydro-7-nitro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [1622-61-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、クロナゼパム ($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}_3$) 99.0 % 以上を含む.
性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である.
 本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) 溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水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 240 °C (分解).

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (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.
- (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.

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する. 初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 20 mL に希硝酸 6 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 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.022 % 以下).
- (2) 重金属 本品 1.0 g 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 2.0 mL を加える (20

ppm 以下).

(3) 類縁物質 本品 0.25 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とする. この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 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 10 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. 次にニトロメタン/アセトン混液 (10 : 1) を展開溶媒として約 12 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 0.30 % 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、無水酢酸 70 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.

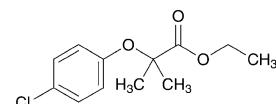
$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 31.571 \text{ mg C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}_3$

貯 法

保存条件 遮光して保存する.
容 器 密閉容器.

クロフィブラーート

Clofibrate



$\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{ClO}_3$: 242.70

Ethyl 2-(4-chlorophenoxy)-2-methylpropanoate [637-07-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クロフィブラーート ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{ClO}_3$) 98.0 % 以上を含む.

性 状 本品は無色～淡黄色の透明な油状の液で、特異なにおいがあり、味は初め苦く後に甘い.

本品はメタノール、エタノール (95)、エタノール (99.5)、ジエチルエーテル又はヘキサンと混和し、水にほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に分解する.

確認試験

- (1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 10000) 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 1 又はクロフィブラーート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. また、本品のエタノール (99.5) 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 2 又はクロフィブラーート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。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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又はクロフィブラーート標準品の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。

屈折率 n_D^{20} : 1.500 ~ 1.505

比重 d_{40}^{20} : 1.137 ~ 1.144

純度試験

(1) 酸 本品 2.0 g を中和エタノール 100 mL に溶かし、フェノールフタレン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(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 5.0 g に硝酸 20 mL 及び硫酸 5 mL を加え、白煙が発するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸 5 mL を加え、白煙が発するまで加熱し、この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱し、冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 5 mL を検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。

標準色：本品を用いないで同様に操作して調製した液 5 mL を発生瓶にとり、ヒ素標準液 2.0 mL を加え、以下検液の試験と同様に操作する (2 ppm 以下)。

(4) 4-クロロフェノール 本品 1.0 g をとり、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 5 mL とし、試料溶液とする。別に 4-クロロフェノール 0.010 g をとり、ヘキサン/2-プロパノール混液 (9:1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヘキサン/2-プロパノール混液 (9:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 6 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対する 4-クロロフェノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、 Q_T は Q_S より大きくなり。

内標準溶液 4-エトキシフェノールの移動相溶液 (1 → 30000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2-プロパノール/酢酸 (100) 混液 (1970 : 30 : 1)

流量：クロフィブラーートの保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：クロフィブラーート 10.0 g, 4-クロロフェノール 6 mg 及び 4-エトキシフェノール 6 mg をヘキサン 1000 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するととき、クロフィブラーート、4-クロロフェノール、4-エトキシフェノールの順に溶

出し、クロフィブラーートと 4-クロロフェノールの分離度が 5 以上及び 4-クロロフェノールと 4-エトキシフェノールの分離度が 2.0 以上のものを用いる。

水分 0.2 % 以下 (5 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 0.5 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて水浴中でしばしば振り混ぜながら 2 時間加熱する。冷後、直ちに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：フェノールフタレン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行う。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L} \text{ 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 24.270 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{15}\text{ClO}_3 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

クロフィブラーートカプセル

Clofibrate Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するクロフィブラーート ($C_{12}\text{H}_{15}\text{ClO}_3$: 242.70) を含む。

製法 本品は「クロフィブラーート」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 カプセルを切り開き、内容物を取り出し、試料とする。試料のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 10000) 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 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。また、試料のエタノール (99.5) 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するとき、波長 224 ~ 228 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 4-クロロフェノール 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を取り出し、よく混和したもの 1.0 g をとり、以下「クロフィブラーート」の純度試験 (4) を準用する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、カプセルを切り開き、内容物を取り出し、カプセルをジエチルエーテル少量で洗い、室温で放置してジエチルエーテルを除いた後、質量を精密に量る。カプセル内容物のクロフィブラーート ($C_{12}\text{H}_{15}\text{ClO}_3$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にクロフィブラーート標準品約 0.1 g を精密に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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い、内標準物質のピーク面積に対するクロフィブラーートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めること。