

本品は水にやや溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品の飽和水溶液はプロモクレゾールパープル試液に対して中性である。

本品は光を強く屈折させる。

本品は光により、また、長く放置するとき、暗褐色となる。

**確認試験** 本品の飽和水溶液 5 mL に希塩化鉄(Ⅲ)試液 1 ～ 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

**比重**  $d_{20}^{20}$ : 1.032 ～ 1.041

**純度試験**

(1) 炭化水素 本品 1.0 mL を水 60 mL に溶かすとき、その混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 水 54 mL に 0.005 mol/L 硫酸 6.0 mL 及び塩化バリウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜた後、5 分間放置する。

(2) イオウ化合物 本品 20 mL を 100 mL の三角フラスコにとり、フラスコの口に潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙をおき、水浴上で 5 分間加温するとき、酢酸鉛(Ⅱ)紙は黄色を呈することがあっても、褐色又は暗色を呈しない。

**蒸留試験** 196 ～ 206 °C, 90 vol% 以上。

**貯法**

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## クレゾール水

Cresol Solution

本品は定量するとき、クレゾール 1.25 ～ 1.60 vol% を含む。

**製法**

クレゾール石ケン液	30 mL
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、混和して製する。

**性状** 本品は黄色の澄明又はわずかに混濁した液で、クレゾールのにおいがある。

**確認試験** 定量法で得た油層 0.5 mL に水 30 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を試料溶液とし、次の試験を行う。

(1) 試料溶液 5 mL に塩化鉄(Ⅲ)試液 1 ～ 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 試料溶液 5 mL に臭素試液 1 ～ 2 滴を加えるとき、淡黄色綿状の沈殿を生じる。

**定量法** 本品 200 mL を正確に量り、500 mL の蒸留フラスコに入れ、塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え、蒸留装置を連結する。受器には塩化ナトリウムの粉末 30 g 及び正確にケロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し、留液が 90 mL になったとき、冷却器の水を除き、蒸留を続け、その先端から水蒸気が出始めたとき、蒸留をやめ、カシアフラスコを湯湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし、15 分間放置する。次に 15 °C に冷却し、塩化ナトリウムを飽和した水を加え、時々振

り動かして 3 時間以上放置し、析出する油滴を弱く揺り動かし 1 ～ 2 分間放置して油層に合わせ、油層の容量を量り、得た値 (mL) から 3 (mL) を減じ、クレゾールの量 (mL) とする。

**貯法** 容器 気密容器。

## クレゾール石ケン液

Saponated Cresol Solution

本品は定量するとき、クレゾール 42 ～ 52 vol% を含む。

**製法**

クレゾール	500 mL
植物油	300 mL
水酸化カリウム	適量
常水又は精製水	適量
全量	1000 mL

けん化に必要な量の「水酸化カリウム」に「常水」又は「精製水」適量を加えて溶かし、この液をあらかじめ加温した植物油に加え、必要ならば「エタノール」適量を添加し、よくかき混ぜながら水浴中で加熱してけん化を続ける。けん化が完了した後、「クレゾール」を加えて澄明になるまでよくかき混ぜ、適量の「常水」又は「精製水」を加えて、全量を 1000 mL として製する。ただし、「水酸化カリウム」の代わりに「水酸化ナトリウム」の対応量を使用することができる。

**性状** 本品は黄褐色～赤褐色の粘稠性のある液で、クレゾール臭がある。

本品は水、エタノール(95)又はグリセリンと混和する。

本品はアルカリ性である。

**確認試験** 純度試験(3)の留出した液につき、「クレゾール」の確認試験を準用する。

**純度試験**

(1) アルカリ 本品 0.50 mL に中和エタノール 10 mL を混和し、フェノールフタレイン試液 2 ～ 3 滴及び 1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき、液は赤色を呈しない。

(2) 未けん化物 本品 1.0 mL に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は澄明である。

(3) クレゾール留分 本品 180 mL を 2000 mL の蒸留フラスコに入れ、水 300 mL 及び希硫酸 100 mL を加え、水蒸気蒸留を行い、留出液が澄明になったとき、冷却器の水を除き蒸留を続け、その先端から水蒸気が出始めたとき、再び冷却水を通じ 5 分間蒸留する。留液に、留液 100 mL 当たり、塩化ナトリウム 20 g を加えて溶かした後、放置して析出する澄明の油層を分取し、乾燥用塩化カルシウムを粉末としたもの 15 g をよく振り混ぜながら、少量ずつ加え、4 時間放置した後、ろ過し、ろ液 50 mL を正確に量り、蒸留するとき 196 ～ 206 °C で 43 mL 以上を留出する。

**定量法** 本品 5 mL を正確に量り、500 mL の蒸留フラスコに入れ、用いたピペットは 15 分間垂直に保持して内容液を流出させた後、水 200 mL、塩化ナトリウム 40 g 及び希硫酸 3 mL を加え、蒸留装置を連結し、受器には塩化ナ

トリウムの粉末 30 g 及び正確にクロシン 3 mL を加えたカシアフラスコを用いて蒸留し、留液が 90 mL になったとき、冷却器の水を除き、蒸留を続け、その先端から水蒸気が出始めたとき、蒸留をやめ、カシアフラスコを温湯に浸してしばしば振り動かして塩化ナトリウムを溶かし、15 分間放置する。次に 15 °C に冷却し、塩化ナトリウムを飽和した水を加え、時々振り動かして 3 時間以上放置し、析出する油滴を弱く振り動かし 1 ~ 2 分間放置して油層に合わせ、油層の容量を量り、得た値 (mL) から 3 (mL) を減じクレゾールの量 (mL) とする。

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## クロルフェニラミン・カルシウム散

Chlorpheniramine and Calcium Powder

本品は定量するとき、マレイン酸クロルフェニラミン ( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ : 390.86) 0.27 ~ 0.33 % を含む。

#### 製法

マレイン酸クロルフェニラミン	3 g
リン酸水素カルシウム	800 g
デンプン、乳糖又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

性状 本品は白色である。

#### 確認試験

- (1) 定量法の試料溶液につき、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 263 ~ 267 nm に吸収の極大を示す (マレイン酸クロルフェニラミン)。
- (2) 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過した液はカルシウム塩の定性反応 (3) を呈する。
- (3) 本品 0.5 g に希硝酸 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過した液はリン酸塩の定性反応 (2) を呈する。
- (4) 本品 1 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にマレイン酸クロルフェニラミン標準品 0.01 g をメタノール 17 mL に溶かし、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  $\mu$ 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/アセトン/アンモニア水 (28) 混液 (73 : 15 : 10 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。また、この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、だいたい色を呈する。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、30 mL の共栓遠心沈殿管に入れ、0.05 mol/L 硫酸 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を分取する。更にこの操作を 2 回行い、全抽出液を合わせ、200 mL の分液漏斗にとり、ジ

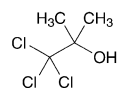
エチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜた後、5 分間放置する。水層を分取し、乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する。ジエチルエーテル層は 0.05 mol/L 硫酸 10 mL ずつで 2 回抽出し、抽出液をろ過し、先の分液漏斗の水層に合わせる。ろ紙は 0.05 mol/L 硫酸 5 mL で洗い、洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる。この液にアンモニア試液 10 mL を加え、ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で洗い、次に 0.25 mol/L 硫酸 20 mL ずつで 2 回及び 5 mL で 1 回抽出する。全抽出液を合わせ、0.25 mol/L 硫酸を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にマレイン酸クロルフェニラミン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸 10 mL に溶かし、更に 0.05 mol/L 硫酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を 200 mL の分液漏斗にとり、0.05 mol/L 硫酸 58 mL を加え、更にジエチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜ、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.25 mol/L 硫酸を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265 nm おける吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{マレイン酸クロルフェニラミン}(C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4)\text{の量(mg)} \\ &= \text{マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量(mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{50} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

## クロブタノール

Chlorobutanol



$C_4H_7Cl_3O$ : 177.46

1, 1, 1-Trichloro-2-methylpropan-2-ol [57-15-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クロブタノール ( $C_4H_7Cl_3O$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色又は白色の結晶で、カンフルのようにおいがある。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに極めて溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は空気中で徐々に揮散する。

融点: 約 76 °C 以上。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 200) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、ヨウ素試液 3 mL を徐々に加えるとき、黄色の沈殿を生じ、ヨードホルムのおいを発する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、アニリン 3 ~ 4 滴を加え、穏やかに加温するとき、フェニルイソシアニド (有毒) の不快なおいを発する。

#### 純度試験

(1) 酸 本品を粉末とし、その 0.10 g に水 5 mL を加