

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 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/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

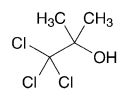
エチルエーテル 30 mL を加えて振り混ぜた後、5 分間放置する。水層を分取し、乾燥ろ紙を用いて別の分液漏斗にろ過する。ジエチルエーテル層は 0.05 mol/L 硫酸 10 mL ずつで 2 回抽出し、抽出液をろ過し、先の分液漏斗の水層に合わせる。ろ紙は 0.05 mol/L 硫酸 5 mL で洗い、洗液は先の分液漏斗の水層に合わせる。この液にアンモニア試液 10 mL を加え、ジエチルエーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で洗い、次に 0.25 mol/L 硫酸 20 mL ずつで 2 回及び 5 mL で 1 回抽出する。全抽出液を合わせ、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

えてよく振り混ぜるとき、液は中性である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を希エタノール 25 mL に溶かし、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 1.0 mL に希エタノール 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.071 % 以下)。

水分 6.0 % 以下 (0.2 g, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、200 mL の三角フラスコに入れ、エタノール (95) 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて 10 分間煮沸する。冷後、希硝酸 40 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を加え、よく振り混ぜ、ニトロベンゼン 3 mL を加え、沈殿が固まるまで激しく振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.915 mg $C_6H_5Cl_3O$

貯法 容器 気密容器。

ケイガイ

Schizonepeta Spike

SCHIZONEPETAE SPICA

荊芥穂

本品はケイガイ *Schizonepeta tenuifolia* Briquet (*La-biatae*) の花穂である。

性状 本品は細長い穂状を呈し、長さ 5 ~ 10 cm, 径 0.5 ~ 0.8 cm, 帯紫緑褐色~緑褐色である。花穂は細かい唇形花又はしばしば果実を含むがく筒を付ける。花穂の下部にはときに葉を付けることがあり、葉は線状又は狭ひ針形である。花軸は方柱形で紫褐色を呈する。ルーベ視するとき、類白色の短毛を認める。

本品は特異な芳香があり、口に含むとわずかに清涼感がある。

確認試験 本品の粉末 2 g に水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、蒸留し、留液 3 mL をとり、これに 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

灰分 11.0 % 以下。

酸不溶性灰分 3.0 % 以下。

エキス含量 希エタノールエキス 8.0 % 以上。

軽質無水ケイ酸

Light Anhydrous Silicic Acid

本品は定量するとき、換算した強熱物に対し、二酸化ケイ素 (SiO_2 : 60.08) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯青白色の軽い微細な粉末で、におい及び味はなく、滑らかな触感がある。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品はフッ化水素酸、熱水酸化カリウム試液又は熱水酸化

ナトリウム試液に溶け、希塩酸に溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、塩化アンモニウム試液 12 mL を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。この沈殿は希塩酸に溶けない。

(2) (1) の沈殿にメチレンブルー溶液 (1 → 10000) 10 mL を加え、次に水で洗うとき、沈殿は青色を呈する。

(3) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウムの融解球をつくり、これに本品を付け、再び融解するとき、球中に不溶融の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、希硝酸 18 mL を加えて振り混ぜた後、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 0.15 mL に水酸化ナトリウム試液 20 mL、希硝酸 18 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(2) 重金属 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、酢酸 (31) 15 mL を加えて振り混ぜた後、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は水酸化ナトリウム試液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の赤色が消えるまで酢酸 (31) を加えた後、鉛標準液 2.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (40 ppm 以下)。

(3) アルミニウム 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL を量り、酢酸 (31) 17 mL を加えて振り混ぜ、アルミニオン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、30 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 硫酸カリウムアルミニウム十二水和物 0.176 g を水に溶かし 1000 mL とする。この液 15.5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL、酢酸 (31) 17 mL、アルミニオン試液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 鉄 本品 0.040 g に希塩酸 10 mL を加え、水浴中で 10 分間振り混ぜながら加熱する。冷後、L-酒石酸 0.5 g を加え、振り混ぜて L-酒石酸を溶かした後、以下第 2 法により検液を調製し、B 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える (500 ppm 以下)。

(5) カルシウム 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 30 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の赤色が消えるまで希硝酸を加え、直ちに希酢酸 5 mL を加えて振り混ぜた後、水を加えて 100 mL とし、遠心分離又はろ過して澄明な液を得る。この液 25 mL にシュウ酸試液 1 mL 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とし、直ちに振り混ぜた後、10 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 180 °C で 4 時間乾燥した炭酸カルシウム 0.250 g を希塩酸 3 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 4 mL に希酢酸 5 mL 及び水を加えて 100 mL