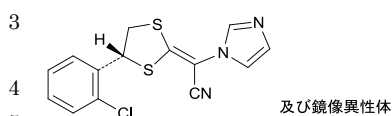


## 1 ラノコナゾール

2 Lanoconazole

7  $C_{14}H_{10}ClN_3S_2$  : 319.83

8 (2E)-2-[(4RS)-4-(2-Chlorophenyl)-1,3-dithiolan-2-ylidene]-

9 (1H-imidazol-1-yl)acetonitrile

10 [101530-10-3]

11 本品を乾燥したものは定量するとき、ラノコナゾール  
12 ( $C_{14}H_{10}ClN_3S_2$ ) 98.0 ~ 102.0%を含む。

13 **性状** 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品はアセトンにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

16 本品は光によって徐々に黄色となる。

17 本品のアセトン溶液(1→25)は旋光性を示さない。

18 **確認試験**

19 (1) 本品0.1 gに水酸化ナトリウム0.5 gを加え、徐々に加熱して融解し、炭化する。冷後、希塩酸10 mLを加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変する。

22 (2) 本品につき、炎色反応試験(2) (1.04)を行うとき、緑色を呈する。

24 (3) 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 (2.24) 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又はラノコナゾール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、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。

30 (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) 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又は乾燥したラノコナゾール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長のところに同様の強度の吸収を認める。

35 **融点** (2.60) 141 ~ 146°C36 **純度試験**

37 (1) 重金属 (1.07) 本品2.0 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(10 ppm以下)。

40 (2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品0.10 gをメタノール100 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とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のラノコナゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のラノコナゾールのピーク面積の1/2より大きくない。

49 **試験条件**

50 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準

51 用する。

52 移動相：1-ノナンスルホン酸ナトリウム0.576 gをメタノール/水/酢酸(100)混液(55 : 44 : 1) 1000 mLに溶かす。

55 流量：ラノコナゾールの保持時間が約7分になるように調整する。

57 面積測定範囲：溶媒ピークの後からラノコナゾールの保持時間の約3倍の範囲

59 システム適合性

60 検出の確認：標準溶液2.5 mLを正確に量り、メタノールを加え正確に50 mLとする。この液5  $\mu$ Lから得たラノコナゾールのピーク面積が、標準溶液のラノコナゾールのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

65 システムの性能：試料溶液20 mLを無色の容器に入れ、紫外線(主波長365 nm)を30分間照射する。この液5  $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ラノコナゾールに対する相対保持時間約0.8のピークとラノコナゾールの分離度は1.5以上である。

70 システムの再現性：標準溶液5  $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ラノコナゾールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

73 **乾燥減量** (2.41) 0.4%以下(1 g, 105°C, 2時間)。74 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

75 **定量法** 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品及びラノコナゾール標準品を乾燥し、その約50 mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後、メタノールを加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5  $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するラノコナゾールのピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

84 ラノコナゾール( $C_{14}H_{10}ClN_3S_2$ )の量(mg)= $M_S \times Q_T / Q_S$ 85  $M_S$  : ラノコナゾール標準品の秤取量(mg)

86 内標準溶液 1,3-ジチオラン-2-イリデンマロン酸ジイソプロピルのメタノール溶液(1→1000)

88 **試験条件**

89 検出器：紫外吸光度計(測定波長：295 nm)

90 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5  $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

93 カラム温度：50°C付近の一定温度

94 移動相：メタノール/水混液(11 : 9)

95 流量：ラノコナゾールの保持時間が約9分になるように調整する。

96 システム適合性

98 システムの性能：標準溶液5  $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ラノコナゾール、内標準物質の順に溶出し、その分離度は3以上である。

101 システムの再現性：標準溶液5  $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

103 に対するラノコナゾールのピーク面積の比の相対標準  
104 偏差は1.0%以下である。

105 **貯法**

106 保存条件 遮光して保存する。

107 容器 密閉容器。

108 -----

109 **9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する。**

110 ラノコナゾール標準品

111 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

112 **1,3-ジチオラン-2-イリデンマロン酸ジイソプロピル**

113  $C_{12}H_{18}O_4S_2$  白色の結晶である。

114 **確認試験** 本品のメタノール溶液(1→125000)につき、紫外  
115 可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定する  
116 とき、波長304 ~ 308 nmに吸収の極大を示す。

117 **融点** (2.60) 54 ~ 57°C

118

119