

る。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は室温で徐々に揮散する。

確認試験 本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後、水浴上で 5 分間加熱するとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +41.0 ~ +43.0° (5 g, エタノール (95), 50 mL, 100 mm).

融点 177 ~ 182°C

純度試験

(1) 水分 本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき、液は濁らない。

(2) 塩素化合物 本品を粉末とし、その 0.20 g を乾燥した硬質ガラス試験管にとり、過酸化ナトリウム 0.4 g を加え、角度 45° に傾けてその上端で固定し、上から下に向かって徐々に加熱して全く分解し、残留物を温湯 20 mL に溶かし、希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後、ネスラー管にろ過し、熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、5 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: 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する。

(3) 不揮発性残留物 本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し、更に 105°C で 3 時間乾燥するとき、残留物は 1.0 mg 以下である。

定量法 本品及び d-カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、エタノール (99.5) に溶かして 100 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 2 μL につき、次の条件でガス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 d-カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & d\text{-カンフル (C}_{10}\text{H}_{16}\text{O) の量 (mg)} \\ &= d\text{-カンフル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 サリチル酸メチルのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 25)

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 3 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 160°C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: d-カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、d-カンフル、内標準物質の順に流出し、その分離度は 7 以上である。

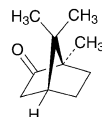
システムの再現性: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対する d-カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

dl-カンフル

dl-Camphor

合成樟脳



及び鏡像異性体

$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$: 152.23

(1*RS*, 4*RS*)-Bornan-2-one [21368-68-3]

本品は定量するとき、dl-カンフル ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{O}$) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色又は白色半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、特異な芳香があり、味はわずかに苦く、清涼味がある。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又は二硫化炭素に溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は室温で徐々に揮散する。

確認試験 本品 0.1 g をメタノール 2 mL に溶かし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えた後、水浴上で 5 分間加熱するとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -1.5 ~ +1.5° (5 g, エタノール (95), 50 mL, 100 mm).

融点 175 ~ 180°C

純度試験

(1) 水分 本品 1.0 g に二硫化炭素 10 mL を加えて振り混ぜるとき、液は濁らない。

(2) 塩素化合物 本品を粉末とし、その 0.20 g を乾燥した硬質ガラス試験管にとり、過酸化ナトリウム 0.4 g を加え、角度 45° に傾けてその上端で固定し、上から下に向かって徐々に加熱して全く分解し、残留物を温湯 20 mL に溶かし、希硝酸 12 mL を加えて酸性とした後、ネスラー管にろ過し、熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、5 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: 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いて同様に操作する。

(3) 不揮発性残留物 本品 2.0 g を水浴上で加熱して昇華し、更に 105°C で 3 時間乾燥するとき、残留物は 1.0 mg 以下である。

定量法 本品及び dl-カンフル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、エタノール (99.5) に溶かして 100 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 2 μL につき、次の条件でガス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 *dl*-カンフルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & dl\text{-カンフル (C}_{10}\text{H}_{16}\text{O) の量 (mg)} \\ &= dl\text{-カンフル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 サリチル酸メチルのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 25)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm, 長さ 3 m のガラス管に, ガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：160 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：*dl*-カンフルの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

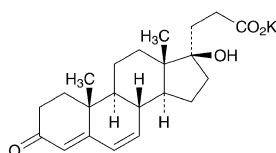
システムの性能：標準溶液 2 μL につき, 上記の条件で操作するとき, *dl*-カンフル, 内標準物質の順に流出し, その分離度は 7 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μL 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に対する *dl*-カンフルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

カンレノ酸カリウム

Potassium Canrenoate



$\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{KO}_4$: 396.56

Monopotassium 17-hydroxy-3-oxo-17 α -pregna-4,6-diene-21-carboxylate [2181-04-6]

本品を乾燥したものは定量するとき, カンレノ酸カリウム ($\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{KO}_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は微黄白色～微黄褐色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けにくく, クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸 2 滴に溶かすとき, 液はだいたい色を呈し, 紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき, 黄緑色の蛍光を発する。これに無水酢酸 1 滴を加えるとき, 液は赤色に変わる。

(2) 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。

(3) 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。

(4) 本品の水溶液 (1 → 10) はカリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -71 ~ -76 ° (乾燥後, 0.2 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 8.4 ~ 9.4 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき, 液は微黄色～淡黄色澄明である。

(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 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) カンレノン 本品 0.40 g をとり, 共栓遠心沈殿管に入れ, 氷水中で 5 °C 以下に冷却し, これに 5 °C 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 6 mL を加えて溶かし, 次いで 5 °C 以下に冷却した水 8 mL を加える。これにクロロホルム 10 mL を正確に加え, 5 °C 以下で 3 分間放置した後, 直ちに 2 分間激しく振り混ぜ, 遠心分離する。水層を除き, クロロホルム層 5 mL を分取し, 5 °C 以下に冷却した pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 3 mL 及び 5 °C 以下に冷却した水 4 mL を入れた共栓遠心沈殿管に入れ, 1 分間振り混ぜた後, 遠心分離する。水層を除き, クロロホルム層 2 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 10 mL とした液につき, 紫外可視吸光度測定法により波長 283 nm における吸光度を測定するとき, 0.67 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 75 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法。ただし, 内部液は飽和塩化カリウム・酢酸 (100) 溶液に代える)。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 = 39.656 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{KO}_4$

貯法 容器 気密容器。