

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  $\mu\text{m}$  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

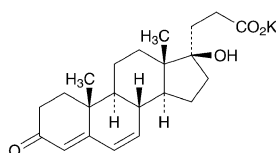
システムの性能：標準溶液 2  $\mu\text{L}$  につき, 上記の条件で操作するとき, *dl*-カンフル, 内標準物質の順に流出し, その分離度は 7 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2  $\mu\text{L}$  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 $\alpha$ -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。