

(3) 硫酸塩 本品 0.40 g をアセトン 20 mL に溶かし、希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

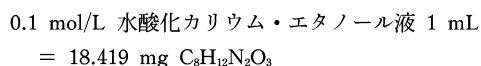
(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

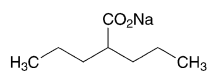
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、エタノール (95) 5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬: アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法 容器 密閉容器。

バルプロ酸ナトリウム

Sodium Valproate



$\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$: 166.19

Monosodium 2-propylpentanoate [1069-66-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、バルプロ酸ナトリウム ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、ギ酸、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、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。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 200) 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び *N,N'*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸鉄 (III) ・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、クロロホルム 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく

振り混ぜる。静置後、クロロホルム層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液の溶媒を留去し、残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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数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) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ~ 8.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をエタノール (95) 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 0.70 mL にエタノール (95) 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をエタノール (95) 25 mL に溶かし、希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にエタノール (95) 25 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし、希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし、希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 10 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/クロロホルム混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ギ酸/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、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、試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 145 °C 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : バルプロ酸の保持時間が 6 ~ 10 分になるよう

に調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 mL と *n*-吉草酸のギ酸/クロロホルム混液 (1:1) 溶液 (1 → 1000) 4 mL を混和する。この液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、*n*-吉草酸、バルプロ酸の順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 μL から得たバルプロ酸のピーク高さが 4 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からバルプロ酸の保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 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) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。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 = 16.619 mg C₃H₁₅NaO₂

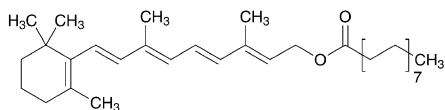
貯法 容器 気密容器。

パルミチン酸レチノール

Retinol Palmitate

レチノールパルミチン酸エステル

ビタミン A パルミチン酸エステル



C₃₆H₆₀O₂ : 524.86

(2*E*, 4*E*, 6*E*, 8*E*)-3, 7-Dimethyl-9-(2, 6, 6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)nona-2, 4, 6, 8-tetraen-1-yl palmitate [79-81-2]

本品は合成パルミチン酸レチノール又は合成パルミチン酸レチノールに植物油を加えたもので、1 g につき 150 万ビタミン A 単位以上を含むものである。本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

本品は定量するとき、表示単位の 95 ~ 105 % を含む。

性状 本品は淡黄色～黄赤色の固体油脂状又は油状の物質で、敗油性でないわずかに特異なにおいがある。

本品は 2-プロパノール、クロロホルム、ジエチルエーテル又は石油エーテルに極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は空気又は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品をクロロホルムに溶かし、表示単位に従い、1 mL 中 30 ビタミン A 単位を含む液をつくり、この液 1 mL に塩化アンチモン (Ⅲ) 試液 3 mL を加えるとき、液は直ちに青色となるが、この色は速やかに退色する。

(2) 本品につき、ビタミン A 定量法の第 1 法の確認試験により試験を行うとき、試料溶液から得た主スポットは、標準溶液から得たパルミチン酸レチノールの青色のスポットと色調及び R_f 値が等しい。また、試料溶液には、標準溶液から得た酢酸レチノールの青色のスポットと色調及び R_f 値

が等しいスポットを認めない。

純度試験 類縁物質 本品はビタミン A 定量法の第 1 法で測定できる条件に適合する。

定量法 ビタミン A 定量法の第 1 法により試験を行う。

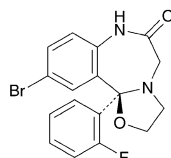
貯法

保存条件 遮光して、ほとんど全満するか、又は空気を「窒素」で置換して冷所に保存する。

容器 気密容器。

ハロキサゾラム

Haloxazolam



及び鏡像異性体

C₁₇H₁₄BrFN₂O₂ : 377.21

(*R,S*)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2, 3, 7, 11b-tetrahydrooxazolo[3, 2-*d*][1, 4]benzodiazepin-6(5*H*)-one [59128-97-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、ハロキサゾラム (C₁₇H₁₄BrFN₂O₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、アセトニトリル、メタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 183 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 10 mL に溶かし、塩酸 1 滴を加えた後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、液は黄緑色の蛍光を発する。この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液の蛍光は直ちに消える。

(2) 本品 0.05 g をとり、希水酸化ナトリウム試液 20 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は臭化物及びフッ化物の定性反応を呈する。

(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。

(4) 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。

吸光度 E_{1%}^{1cm} (247 nm) : 390 ~ 410 (0.01 g, メタノール, 1000 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をエタノール (99.5) 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。