

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 C₈H₁₆NaO₂

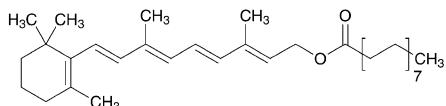
貯 法 容 器 気密容器。

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

(2E, 4E, 6E, 8E)-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。

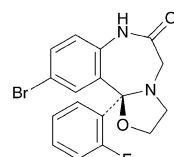
貯 法

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

(RS)-10-Bromo-11b-(2-fluorophenyl)-2, 3, 7, 11b-tetrahydrooxazolo[3, 2-d][1, 4]benzodiazepin-6(5H)-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数のところに同様の強度の吸収を認める。

吸光度 E_{1cm}^{1%} (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。

(2) 可溶性ハロゲン化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える。

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL を加えて加熱し、これを 2 回繰り返し、更に過酸化水素 (30) 2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の比較液より濃くない (2 ppm 以下)。

比較液：本品を用いないで同様に操作した後、ヒ素標準液 2.0 mL 及び水を加えて 5 mL とし、以下検液の試験と同様に操作する。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をアセトニトリル 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体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、試料溶液のハロキサゾラム以外のピークの合計面積は、標準溶液のハロキサゾラムのピーク面積より大きくなり。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：ホウ酸 6.2 g 及び塩化カリウム 7.5 g を水 900 mL に溶かし、トリエチルアミンで pH 8.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 3 容量にアセトニトリル 2 容量を加える。

流量：ハロキサゾラムの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びクロキサゾラム 0.01 g ずつをアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラム、クロキサゾラムの順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たハロキサゾラムのピーク高さが 5 ~ 15 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ハロキサゾラムの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 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 = 37.721 mg C₁₇H₁₄BrFN₂O₂

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ハロタン

Halothane



及び鏡像異性体

C₂HBrClF₃ : 197.38

(RS)-2-Bromo-2-chloro-1,1,1-trifluoroethane [151-67-7]

本品は安定剤として「チモール」0.008 ~ 0.012 % を含む。

性 状 本品は無色透明の流動しやすい液である。

本品はエタノール (95), ジエチルエーテル又はイソオクタンと混和する。

本品は水に溶けにくい。

本品は揮発性で、引火性はなく、加熱したガスに点火しても燃えない。

本品は光によって変化する。

屈折率 n_D^{20} : 1.369 ~ 1.371

確認試験 本品約 3 μ L を 10 cm の長さの光路を持つ気体セルにとり、赤外吸収スペクトル測定法の気体試料測定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。

比 重 d_{40}^{20} : 1.872 ~ 1.877

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却した水 60 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を分取し、試料溶液とする。試料溶液 20 mL にプロモクレゾールペーパー試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液 20 mL にプロモクレゾールペーパー試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.6 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) ハロゲン化物及びハロゲン (1) の試料溶液 5 mL に硝酸 1 滴及び硝酸銀試液 0.20 mL を加えるとき、液は濁らない。また、(1) 試料溶液 10 mL にヨウ化カリウム試液 1 mL 及びデンプン試液 2 滴を加え 5 分間放置するとき、液は青色を呈しない。

(3) ホスゲン 本品 50 mL を 300 mL の乾燥した三角フラスコにとり、栓をし、ホスゲン紙を栓から垂直に下げ、下端を液面上 10 mm の高さに保ち、暗所に 20 ~ 24 時間放置するとき、試験紙は黄変しない。

(4) 蒸発残留物 本品 50 mL を正確に量り、水浴上で蒸発し、残留物を 105 °C で 2 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。