

(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 回繰り返す、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  $\mu$ 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い。

#### 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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, 白金のつば)。

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  $C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$

#### 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

$C_2HBrClF_3$  : 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  $\mu$ 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  $d_4^{20}$  : 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パープル試液 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パープル試液 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。

(5) 揮発性類縁物質 本品 100 mL をとり、内標準物質 5.0  $\mu$ L を正確に加え、試料溶液とする。試料溶液 5  $\mu$ L 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、各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、ハロタン及び内標準物質以外のピークの合計面積は内標準物質のピーク面積より大きくない。

内標準物質 1, 1, 2-トリクロロ-1, 2, 2-トリフルオロエタン

#### 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 3 m の管の注入側 2 m にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 400 を 180 ~ 250  $\mu$ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんし、残りの 1 m にはフタル酸ジノニルを 180 ~ 250  $\mu$ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 30 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：50  $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が 2 ~ 3 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 3 mL と内標準物質 1 mL を混和する。この液 1  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ハロタンの順に流出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 5  $\mu$ L から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ~ 70 % になるように調整する。

面積測定範囲：ハロタンの保持時間の約 3 倍の範囲

蒸留試験 49 ~ 51  $^{\circ}$ C において、1  $^{\circ}$ C の範囲で 95 vol% 以上留出する。

チモール量 本品 0.50 mL にイソオクタン 5.0 mL 及び酸化チタン (IV) 試液 5.0 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜ、放置するとき、上層の液の色の濃さは次の比較液 A より濃く、比較液 B より濃くない。

比較液：定量用チモール 0.225 g をイソオクタンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液各 10 mL をそれぞれ正確に量り、イソオクタンを加えて正確に 150 mL 及び 100 mL とする。これらの液それぞれ 0.50 mL につき、本品と同様に操作し、上層の液を比較液 A 及び B とする。

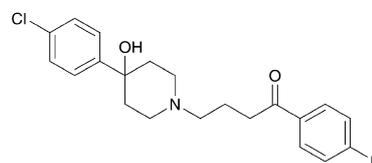
#### 貯法

保存条件 遮光して、30  $^{\circ}$ C 以下で保存する。

容器 気密容器。

## ハロペリドール

Haloperidol



$C_{21}H_{23}ClFNO_2$  : 375.86

4-[4-(4-Chlorophenyl)-4-hydroxypiperidin-1-yl]-1-(4-fluorophenyl)butan-1-one [52-86-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ハロペリドール ( $C_{21}H_{23}ClFNO_2$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は粉末で、においはない。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、2-プロパノール又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

#### 確認試験

(1) 本品 0.02 g 及びナトリウム 0.05 g を試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、更に水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は消え、淡黄色となる。

(2) 本品 0.1 g に薄めた塩酸 (1  $\rightarrow$  1000) 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.03 g を 2-プロパノール 100 mL に溶かす。この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び 2-プロパノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視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) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 149 ~ 153  $^{\circ}$ C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 25 mL に希塩酸 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(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) 高縮合生成物 本品 0.030 g をとり、メタノール 50 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びメタノールを