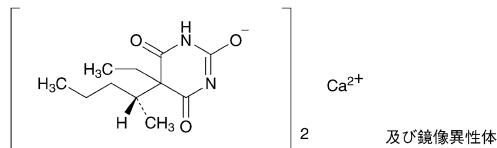


ペントバルビタールカルシウム

Pentobarbital Calcium



$C_{22}H_{34}CaN_4O_6$: 490.61

Monocalcium bis{5-ethyl-1, 4, 5, 6-tetrahydro-5-[*(RS)*-1-methylbutyl]-4, 6-dioxopyrimidin-2-olate}
[76-74-4, ペントバルビタール]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ペントバルビタールカルシウム ($C_{22}H_{34}CaN_4O_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 → 100) は施光性を示さない。

確認試験

(1) 本品につき、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。

(2) 本品 1 g にエタノール (95) 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、振り混ぜながら加温して溶かし、更に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜた後、放冷し、ろ過する。ろ液にメチルレッド試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに黄色を呈するまで加えるとき、この液はカルシウム塩の定性反応 (1), (2) 及び (3) を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g にエタノール (95) 5 mL 及び希硝酸 2.5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とし、更によく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 15 mL に希硝酸 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 0.30 mL にエタノール (95) 1.5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g にエタノール (95) 5 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜながら加温して溶かし、冷後、水を加えて 80 mL とし、更によく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 40 mL にフェノールフタレン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、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。比較液はエタノール (95) 2.5 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 30 mL とする。次にフェノールフタレン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、鉛標準液 2.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.010 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、試料溶液のペントバルビタール以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の $\frac{3}{10}$ より大きくなく、また、それらのピークの合計面積は、標準溶液のペントバルビタールのピーク面積よりも大きい。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からペントバルビタールの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L から得たペントバルビタールのピーク面積が、標準溶液のペントバルビタールのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

システムの性能：定量法のシステムの性能を準用する。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペントバルビタールのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL を量り、水を加えて 20 mL とする。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にペントバルビタール標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.018 g を精密に量り、アセトニトリル 10 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL を量り、水を加えて 20 mL とする。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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い、内標準物質のピーク面積に対するペントバルビタールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ペントバルビタールカルシウム ($C_{22}H_{34}CaN_4O_6$) の量 (mg)

$$= \text{ペントバルビタール標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.0841$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピル 0.2 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長 : 210 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を

4.0 に調整する。この液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える。

流量：ペントバルビタールの保持時間が約 7 分になるよう調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペントバルビタール、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 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ペントバルビター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 密閉容器。

ホウ酸

Boric Acid

H_3BO_3 : 61.83

本品を乾燥したものは定量するとき、ホウ酸 (H_3BO_3) 99.5 % 以上を含む。

性 状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においてなく、わずかに特異な味がある。

本品は温湯、熱エタノール (95) 又はグリセリンに溶けやすく、水又はエタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 4.1 である。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はホウ酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL 又は熱エタノール (95) 10 mL に溶かすとき、いずれも液は無色透明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 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 0.40 g をとり、第 1 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 (5 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g, シリカゲル, 5 時間)。

定 量 法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、D-ソルビトール 15 g 及び水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレン試液 2 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 61.83 mg H_3BO_3

貯 法 容 器 密閉容器。

ホウ砂

Sodium Borate

$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$: 381.37

本品は定量するとき、ホウ砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 99.0 ~

103.0 % を含む。

性 状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においてなく、わずかに特異な塩味がある。

本品はグリセリンに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は乾燥空気中に放置するとき、風解し、白色の粉末で覆われる。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はナトリウム塩及びホウ酸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 9.1 ~ 9.6 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え、わずかに加温して溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 炭酸塩又は炭酸水素塩 本品を粉末とし、その 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 3 mL を加えるとき、泡立たない。

(3) 重金属 本品 1.5 g に水 25 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 7 mL を加えて溶かし、フェノールフタレン試液 1 滴を加え、液がわずかに赤色を呈するまでアンモニア試液を加えた後、再び無色となるまで希酢酸を滴加し、更に希酢酸 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 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 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 (5 ppm 以下)。

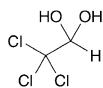
定 量 法 本品約 2 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 95.34 mg $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

貯 法 容 器 気密容器。

抱水クロラール

Chloral Hydrate



$\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{O}_2$: 165.40

2, 2, 2-Trichloroethane-1, 1-diol [302-17-0]

本品は定量するとき、抱水クロラール ($\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{O}_2$) 99.5 % 以上を含む。

性 状 本品は無色の結晶で、刺激性のにおいがあり、味は刺激性でやや苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすい。

本品は空気中で徐々に揮散する。