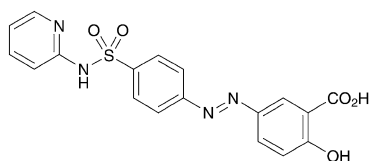


サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン

C₁₈H₁₄N₄O₆S : 398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid [599-79-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、サラゾスルファピリジン (C₁₈H₁₄N₄O₆S) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、水、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：240 ～ 249 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かした液は赤褐色を呈し、これに亜ジチオン酸ナトリウム 0.5 g を振り混ぜながら徐々に加えるとき、液の赤褐色は徐々に退色する。この液を以下 (2) ～ (4) の試験に用いる。
- (2) (1) で得た液 1 mL をとり、水 40 mL を加えた後、0.1 mol/L 塩酸試液で中和し、更に水を加えて 50 mL とし、この液 5 mL に希塩化鉄 (Ⅲ) 試液 2 ～ 3 滴を加えるとき、液は赤色を呈し、希塩酸を滴加していくとき、液の色は初め紫色に変わり、次に退色する。
- (3) (1) で得た液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。
- (4) (1) で得た液 1 mL にピリジン 1 mL 及び硫酸銅 (Ⅱ) 試液 2 滴を加えて振り混ぜ、次に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。
- (5) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (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、同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 2.0 g をとり、水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし、硝酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、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、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、水酸化ナトリウム試液 12 mL 及び水 36 mL を加えて溶かし、塩酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希塩酸 1

mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液として、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 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) ヒ素 本品 1.0 g を分解フラスコにとり、硝酸 20 mL を加え、流動状態になるまで弱く加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。必要ならば、冷後、更に硝酸 5 mL を加えて加熱する。この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 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 25 mL とする。この液 5 mL を検液とし、装置 B を用いるの方法により試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色：本品を用いないで同様に操作した後、この液 5 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2 mL を正確に加え、以下検液の試験と同様に操作する (10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をピリジン 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ピリジンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に薄めたメタノール (9 → 10) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(6) サリチル酸 本品 0.10 g をとり、ジエチルエーテル 15 mL を加えて激しく振り混ぜ、これに希塩酸 5 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜ、ジエチルエーテル層を分取し、ろ過する。更に水層にジエチルエーテル 15 mL を加えて 3 分間激しく振り混ぜた後、ジエチルエーテル層を分取し、ろ過し、先のろ液と合わせる。ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる。残留物に希硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液少量で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用サリチル酸をデシケーター (シリカゲル) で 3 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、希硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液に溶かし、正確に 400 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 535 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、サリチル酸の量は 0.5 % 以下である。

サリチル酸 (C₇H₆O₃) の量 (%)

$$= \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.05$$

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、薄めた過酸化水素 (30) (1 → 40) 10 mL を吸収液とし、酸素

フラスコ燃焼法のイオウの定量操作法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 過塩素酸バリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 1.9920 \text{ mg C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_8\text{S}$$

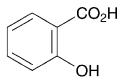
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

サリチル酸

Salicylic Acid



$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$: 138.12

2-Hydroxybenzoic acid [69-72-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸 ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味があり、刺激性である。

本品はエタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、熱湯にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 500) はサリチル酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

融点 158 ~ 161 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 5.0 g に水 90 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 30 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、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える (0.008 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) のろ液 30 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 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をアセトン 25 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 4 mL、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 にアセトン 25 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(4) 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 C より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (1 g)。

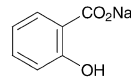
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 25 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.812 mg $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$

貯法 容器 密閉容器。

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$: 160.10

Monosodium 2-hydroxybenzoate [54-21-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸ナトリウム ($\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすい。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 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、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 420 nm における吸光度は 0.02 以下である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びエタノール (95) 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) 28 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし、塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は変化しない。

(4) 亜硫酸塩又はチオ硫酸塩 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし、塩酸 1 mL を加えてろ過し、ろ液に 0.05 mol/L ヨウ素液 0.15 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(5) 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)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を分解フラスコにとり、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、白煙が生じるまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL を加えて加熱し、冷後、更に過酸化水素 (30) 2 mL を加えて液が無色~微黄色となるまで加熱する。必要ならば硝酸及び過酸化水素 (30) を加えて加熱する操作を繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム一水和物飽和溶液 2 mL を加え、再び白煙が生じるまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液として装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸