

容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、水を加えて 50 mL とし、希硫酸 1 mL を加え、クロロホルム/1-プロパノール混液 (5:1) 35 mL, 30 mL 及び 30 mL で抽出する。抽出液は毎回同じ水 5 mL で洗った後、クロロホルムで潤した脱脂綿を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過する。全抽出液を合わせ、エタノール (95) を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にジゴキシン標準品を 105 °C で 1 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノール (95) 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 mL ずつを正確に量り、それぞれ別の三角フラスコに入れ、水浴上で空気を送りながらほとんど蒸発乾固し、デシケーター (減圧, 酸化リン (V)) 中に 15 分間放置する。これに酸性塩化鉄 (III) 試液 5 mL ずつを加えて溶かし、しばしばかき混ぜ、30 °C 以下で遮光して 10 分間放置する。必要ならばガラスウールを用いてろ過する。これらの液につき、酸性塩化鉄 (III) 試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 590 nm における吸光度を 2 分ごとに測定し、それぞれの最大値 A_T 及び A_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ジゴキシン (C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{14}) \text{の量 (mg)} \\ &= \text{ジゴキシン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

次硝酸ビスマス

Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスマス (Bi: 208.98) 71.5 ~ 74.5 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが、泡立たない。

本品はわずかに吸湿性があり、潤した青色リトマス紙に接触するとき、これを赤変する。

確認試験 本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.7 g に水 2 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし、これに希硝酸 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。比較液は硝酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 3.0 g を加温した硝酸 3.0 mL に溶かし、この液を水 100 mL 中に加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発して 30 mL とし、再びろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、混濁しない。

(3) アンモニウム 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液

5 mL を加え、煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 銅 (2) の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え、ろ過した液は青色を呈しない。

(5) 鉛 本品 1.0 g に水酸化カリウム溶液 (1 → 6) 5 mL を加え、注意しながら 2 分間煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液を試験管にとり、クロム酸カリウム試液 10 滴を加え、酢酸 (100) を 1 滴ずつ加えて酸性にすると、液は混濁又は黄色の沈殿を生じない。

(6) 銀 (2) の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(7) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に薄めた酢酸 (31) (1 → 2) 40 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し、直ちに硫化水素をじゅうぶんに通じた後、ろ過し、残留物を水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

(8) ヒ素 本品 0.20 g に硫酸 2 mL を加え、白煙を発生するまで加熱し、注意して水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (2 g, 105 °C, 2 時間)。

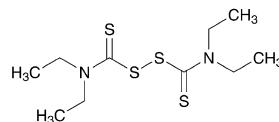
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、薄めた硝酸 (2 → 5) 5 mL を加え、加温して溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 200 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 4.180 mg Bi

貯法 容器 密閉容器。

ジスルフィラム

Disulfiram



$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$: 296.54

Tetraethylthiuram disulfide [97-77-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジスルフィラム ($\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。