

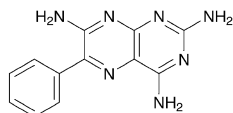
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

トリアムテレン

Triamterene



$C_{12}H_{11}N_7$: 253.26

2, 4, 7-Triamino-6-phenylpteridine [396-01-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、トリアムテレン ($C_{12}H_{11}N_7$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けにくく、酢酸 (100) に極めて溶けにくく、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、硝酸又は硫酸に溶けるが、希硝酸、希硫酸又は希塩酸に溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて加熱し、冷後、ろ過するとき、ろ液は紫色の蛍光を発する。この液 2 mL に塩酸 0.5 mL を加えるとき、液の蛍光は消える。

(2) (1) のろ液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品 0.01 g を酢酸 (100) 100 mL に溶かす。この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、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。

純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 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 (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をジメチルスルホキシド 20 mL に溶かす。この液 2 mL にメタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア水 (28) /メタノール混液 (9 : 1 : 1) 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 365 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。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 (100) 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

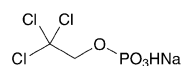
0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.663 mg $C_{12}H_{11}N_7$

貯法 容器 密閉容器。

トリクロホスナトリウム

Triclofos Sodium

リン酸トリクロルエチルナトリウム



$C_2H_3Cl_3NaO_4P$: 251.37

Monosodium 2, 2, 2-trichloroethyl monohydrogenphosphate [7246-20-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、トリクロホスナトリウム ($C_2H_3Cl_3NaO_4P$) 97.0 ~ 102.0 % を含み、また、塩素 (Cl : 35.45) 41.0 ~ 43.2 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

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 0.5 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に直火で強熱する。残留物を水 5 mL に溶かし、必要ならばろ過する。ろ液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

(3) 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え、10 分間加熱する。冷後、残留物を水 40 mL に溶かし、必要ならばろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。残りのろ液は塩化物の定性反応 (1) 及びリン酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える (0.178 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 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 (2 ppm 以下)。

(5) 遊離リン酸 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、20°C で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は、1.0 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の含量 (\%)} = \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{W} \times 257.8$$

W: 試料の採取量 (mg)

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 減圧, 100°C, 3 時間)。

定量法

(1) トリクロホスナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ケルダールフラスコに入れ、硫酸 2 mL 及び硝酸 2.5 mL を加え、褐色の煙が発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸 1 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、液が無色となるまでこの操作を繰り返す。この液を水 150 mL を用いてフラスコに移し、酸化モリブデン (Ⅲ)・クエン酸試液 50 mL を加え、穏やかに沸点まで加熱した後、かき混ぜながらキノリン試液 25 mL を徐々に加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、沈殿をろ過し、更に洗液が酸性を呈しなくなるまで水洗した後、この沈殿を水 100 mL を用いてフラスコに移し、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加えて溶かし、0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン・チモールブルー試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 4.834 \text{ mg C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{NaO}_4\text{P}$$

(2) 塩素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法の塩素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

トリクロホスナトリウムシロップ

Triclofos Sodium Syrup

リン酸トリクロルエチルナトリウムシロップ

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するトリクロホスナトリウム ($\text{C}_8\text{H}_8\text{Cl}_3\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$: 251.37) を含む。

製法 本品は「トリクロホスナトリウム」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.25 g に対応する量を取り、水 40 mL を加え、よく振り混ぜ

た後、薄めた硫酸 (3 → 50) 5 mL を加え、3-メチル-1-ブタノール 25 mL で抽出する。3-メチル-1-ブタノール抽出液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物に薄めた硫酸 (1 → 2) 1 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱し、水 7 mL を加えた後、シュウ酸二水和物溶液 (1 → 20) を液の色が消えるまで加える。この液 1 mL にピリジン 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 1 mL を加え、水浴中で振り混ぜながら 1 分間加熱するとき、ピリジン層はうすい赤色を呈する。

(2) (1) で得た 3-メチル-1-ブタノール抽出液 10 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加え、10 分間加熱する。冷後、残留物を水 40 mL に溶かし、必要ならばろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。残りのろ液は塩化物の定性反応 (1) 及びリン酸塩の定性反応を呈する。

pH 6.0 ~ 6.5

定量法 本品の表示量に従い「トリクロホスナトリウム」0.13 g に対応する量を精密に量り、水 15 mL、水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びジエチルエーテル 15 mL を加えて、1 分間振り混ぜた後、水層を分取する。ジエチルエーテル層は水 1 mL で洗い、洗液は先の水層に合わせる。この液に薄めた硫酸 (3 → 50) 2.5 mL を加え、3-メチル-1-ブタノール 10 mL ずつで 4 回抽出する。全 3-メチル-1-ブタノール抽出液を合わせ、3-メチル-1-ブタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL 及び希水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL を正確に量り、ガラスアンプルに入れ、融封した後混和する。これを高圧蒸気滅菌器を用いて 120°C で 2 時間加熱する。冷後、内容物をフラスコに移し、薄めた硝酸 (63 → 500) 20 mL を加える。次に 0.02 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に加えた後、よく振り混ぜ、過量の硝酸銀を 0.02 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液 2 ~ 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.02 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 1.6758 \text{ mg C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{NaO}_4\text{P}$$

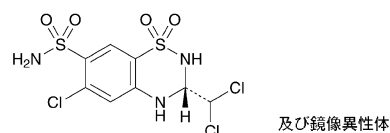
貯法

保存条件 冷所に保存する。

容器 気密容器。

トリクロルメチアジド

Trichlormethiazide



$\text{C}_8\text{H}_8\text{Cl}_3\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$: 380.66

(RS)-6-Chloro-3-dichloromethyl-3,4-dihydro-2H-1,2,4-benzothiazine-7-sulfonamide 1,1-dioxide [I33-67-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、トリクロルメチアジ