

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。

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

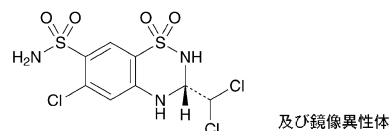
貯法

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-2*H*-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