

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 ($\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_3\text{NaO}_4\text{P}$: 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、ガラスアンブルに入れ、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。

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

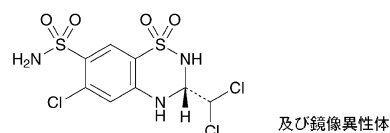
貯法

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

ド ($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、ジメチルスルホキシド、アセトン又は *n*-ブチルアミンに溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、水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：約 270 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅 (II) 試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし、直火で 2 分間加熱する。冷後、希硝酸 3 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。また、本品 5 mg にクロモトローブ酸試液 5 mL を加えて 5 分間放置するとき、液は紫色を呈しない。

(3) 本品 0.015 g を水酸化ナトリウム試液 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。

(4) 本品 0.01 g をとり、薄めた過酸化水素 (30) (1 → 5) 10 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。装置の A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、メタノール 15 mL で C、B 及び A の内壁を洗い込み、ここで得た液を試験液とする。試験液 15 mL に希硝酸 0.5 mL を加えた液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。また、残りの試験液は硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、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 1.0 mL にアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、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。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (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 0.6 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 (3.3 ppm 以下)。

(5) 芳香族第一アミン 本品 0.025 g をとり、アセトンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、希塩酸 3.0 mL、水 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 30) 0.15 mL を加えて振り混ぜた後、1 分間放置する。この液にアシド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を

加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、*N,N*-ジエチル-*N*-1-ナフチルエチレンジアミンシウ酸塩試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。この液につき、アセトン 1.0 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とき、波長 525 nm における吸光度は 0.08 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水/ジメチルスルホキシド混液 (1 : 1) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 38.066 \text{ mg } C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$$

貯法 容器 密閉容器。

トリコマイシン

Trichomycin

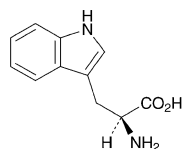
本品は日本抗生物質医薬品基準のトリコマイシンの条に適合する。

性状 本品は黄色～黄褐色の粉末である。

本品はピリジンに溶けやすく、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。

L-トリプトファン

L-Tryptophan



$C_{11}H_{12}N_2O_2$: 204.23

(2*S*)-2-Amino-3-(indol-3-yl)propanoic acid [73-22-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-トリプトファン ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) 98.5 % 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、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はギ酸に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験 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長のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -30.0 ~ -33.0° 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、水 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 25 mL とし、層長 100 mm で測定する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した