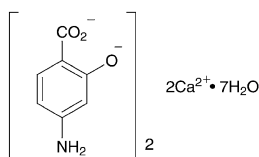


パラアミノサリチル酸カルシウム

Calcium Para-aminosalicylate

バスカルシウム

 $C_{14}H_{10}Ca_2N_2O_8 \cdot 7H_2O : 508.50$

Dicalcium bis(4-amino-2-oxidobenzoate) heptahydrate

[133-15-3, 無水物]

本品は定量するとき、パラアミノサリチル酸 ($C_7H_7NO_3$: 153.14) 58.4 ~ 62.0 % 及びカルシウム (Ca : 40.08) 15.3 ~ 16.9 % を含む。

性状 本品は白色又はわずかに着色した粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に極めて溶けにくく、エタノール (95)、アセトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の飽和水溶液はアルカリ性である。

確認試験

- (1) 本品 3 g に塩化アンモニウム試液 15 mL 及び水 15 mL を加えて水浴上で 10 分間加熱するとき、大部分が溶け、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- (2) 本品 0.05 g に水 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え、振り混ぜた後、塩化鉄 (Ⅲ) 試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (3) (1) の液はカルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.30 g を希硝酸 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品は 1.0 g に希硝酸 15 mL 及び水を加えて溶かし 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 0.70 mL を加える (0.025 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 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 0.40 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。
- (5) 3-アミノフェノール 本品 0.10 g に水水中で冷却した 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 5 mL を加え、激しく振り混ぜて溶かし、直ちに水水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜる。次に硫酸 4-アミノ-N,N-ジエチルアニリン試液 2 mL を加えて振り混ぜ、シクロヘキサン 10.0 mL 及び薄めたヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液 (1 → 10) 4 mL を加え、直ちに 20 秒間振り混ぜる。この液を遠心分離してシクロヘキサン層を分取し、薄めたアンモニア試液 (1 → 14) 5 mL ずつで 2 回洗い、無水

硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、澄明なシクロヘキサン層の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 3-アミノフェノール 0.050 g に水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5.0 mL をとり、水水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜ、以下同様に操作する。

定量法

(1) パラアミノサリチル酸 本品約 0.4 g を精密に量り、水 120 mL 及び希塩酸 1.5 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 30 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、正確に 0.05 mol/L 臭素液 25 mL を加え、次に臭化カリウム溶液 (1 → 4) 20 mL を加え、更に酢酸 (100) / 塩酸混液 (5 : 2) 14 mL を速やかに加えて直ちに密栓し、時々振り混ぜ 10 分間放置する。次にヨウ化カリウム試液 6 mL を注意して加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬 : デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 2.5523 mg $C_7H_7NO_3$

(2) カルシウム (1) の試料溶液 40 mL を正確に量り、水 30 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 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 : エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。ただし、滴定の終点は液の赤色が青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 = 0.8016 mg Ca

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

パラアミノサリチル酸カルシウム顆粒

Calcium Para-aminosalicylate Granules

バスカルシウム顆粒

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するパラアミノサリチル酸カルシウム ($C_{14}H_{10}Ca_2N_2O_8 \cdot 7H_2O$: 508.50) を含む。

製法 本品は「パラアミノサリチル酸カルシウム」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験

- (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム」3 g に対応する量を取り、塩化アンモニウム試液 15 mL 及び水 15 mL を加えて水浴上で 10 分間加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- (2) 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム」0.05 g に対応する量を取り、水 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL に 1

mol/L 塩酸試液 1 mL を加え、振り混ぜた後、塩化鉄(Ⅲ)試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) (2) のろ液はカルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム」1.0 g に対応する量を取り、「パラアミノサリチル酸カルシウム」の純度試験(3)を準用する。

(2) ヒ素 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム」0.40 g に対応する量を取り、「パラアミノサリチル酸カルシウム」の純度試験(4)を準用する。

(3) 3-アミノフェノール 本品を粉末とし、表示量に従い「パラアミノサリチル酸カルシウム」0.10 g に対応する量を取り、「パラアミノサリチル酸カルシウム」の純度試験(5)を準用する。

定量法 本品を粉末とし、パラアミノサリチル酸カルシウム($C_{14}H_{10}Ca_2N_2O_6 \cdot 7H_2O$) 約 0.4 g に対応する量を精密に量り、水 120 mL 及び希塩酸 1.5 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、ろ過する。ろ液 30 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、以下「パラアミノサリチル酸カルシウム」の定量法(1)を準用する。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 4.238 mg $C_{14}H_{10}Ca_2N_2O_6 \cdot 7H_2O$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

パラホルムアルデヒド

Paraformaldehyde

$(CH_2O)_n$

Poly(oxymethylene) [30525-89-4]

本品は定量するとき、ホルムアルデヒド(CH_2O : 30.03) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、わずかにホルムアルデヒド臭があり、加熱するとき、強い刺激性のにおいを発する。

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。

本品は熱湯、熱希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品は約 100 °C で昇華する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をアンモニア試液 5 mL に溶かし、硝酸銀試液 5 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液(1 → 10) 3 mL を加えるとき、直ちに器壁に銀鏡を生じる。

(2) 本品 0.02 g にサリチル酸 0.04 g を硫酸 5 mL に溶かした液を加え、徐々に加温するとき、液は持続する暗赤色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g をアンモニア試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 液性 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜ、ろ過するとき、液は中性である。

(3) 塩化物 本品 1.5 g に水 75 mL 及び炭酸ナトリウム試液 7.5 mL を加えて溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固した後、約 500 °C に強熱する。残留物を水 15 mL に溶かし、必要ならばろ過し、薄めた硝酸(3 → 10)を加えて中性とし、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 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 7.5 mL、中性とするのに要した量の薄めた硝酸(3 → 10)、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.006 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 1.5 g に水 45 mL 及び炭酸ナトリウム試液 4.5 mL を加えて溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固した後、約 500 °C に強熱する。残留物を水 15 mL に溶かし、必要ならばろ過し、薄めた塩酸(3 → 5)を加えて中性とし、5 分間煮沸する。冷後、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。比較液は炭酸ナトリウム試液 4.5 mL に中性とするのに要した量の薄めた塩酸(3 → 5)及び水 15 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.011 % 以下)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

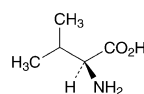
定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし、水 40 mL 及び正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加えて密栓し、5 分間放置する。次に希塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し、15 分間放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.5013 mg CH_2O

貯法 容器 気密容器。

L-バリン

L-Valine



$C_6H_{11}NO_2$: 117.15

(2S)-2-Amino-3-methylbutanoic acid [72-18-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-バリン($C_6H_{11}NO_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに甘い、後に苦い。

本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

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