

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)。

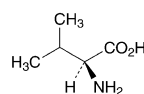
定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし、水 40 mL 及び正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を加えて密栓し、5 分間放置する。次に希塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し、15 分間放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

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

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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +26.5 ~ +29.0° (乾燥後, 2 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 6.5 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 %以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 %以下)。
- (4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 %以下)。
- (5) 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)。
- (6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第2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)。
- (7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 \rightarrow 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、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 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

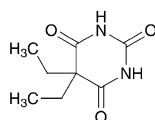
定量法 本品を乾燥し、その約 0.12 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 11.715 \text{ mg } \text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_3$$

貯法 容器 気密容器。

バルビタール

Barbital



$\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$: 184.19

5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1*H*,3*H*,5*H*)-trione
[57-44-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、バルビタール ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水又はクロロホルムに溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品 0.05 g を薄めたピリジン (1 \rightarrow 10) 5 mL に溶かし、硫酸銅 (II) 試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、赤紫色の沈殿を生じる。また、これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。別に本品 0.05 g をとり、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ~ 3 滴及び薄めたピリジン (1 \rightarrow 10) 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅 (II) 試液 0.3 mL を加えるとき、水層に赤紫色の沈殿を生じ、この沈殿は振り混ぜるとき、クロロホルムに溶けない。

(3) 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ、4-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール (95) 7 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱した後、1 時間放置し、析出した結晶をろ取し、水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い、エタノール (95) /クロロホルム混液 (1 : 1) から再結晶し、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 192 ~ 196 °C である。

融点 189 ~ 192 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g をアセトン 20 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 0.30 mL にアセトン 20 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。