

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**  $[\alpha]_D^{20} : +26.5 \sim +29.0^\circ$  (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、液は無色透明である。

(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  $\mu$ 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 → 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)。

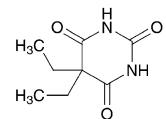
**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.12 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 11.715 \text{ mg C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_2$$

**貯 法 容 器** 気密容器。

## バルビタール

Barbital



C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 184.19

5,5-Diethylpyrimidine-2,4,6(1H,3H,5H)-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 (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 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 → 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、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 → 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、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、液は無色透明である。

(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)。

(3) 硫酸塩 本品 0.40 g をアセトン 20 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 0.40 mL にアセトン 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 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)。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

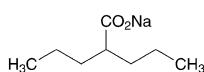
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、エタノール (95) 5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬: アリザリンエロー GG・チモールフタレン試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるとときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 18.419 \text{ mg C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

貯 法 容 器 密閉容器。

## バルプロ酸ナトリウム

Sodium Valproate



$\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$  : 166.19

Monosodium 2-propylpentanoate [1069-66-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、バルプロ酸ナトリウム ( $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$ ) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、ギ酸、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、クロロホルム又は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) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 200) 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び  $N,N'$ -ジシクロヘキシカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸鉄 (III)・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) 5 mL に硝酸コバルト (II) 六水和物溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、クロロホルム 5 mL 及び 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて 1 分間激しく

振り混ぜる。静置後、クロロホルム層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液の溶媒を留去し、残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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。

(4) 本品の水溶液 (1 → 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.0 ~ 8.5 である。

### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をエタノール (95) 25 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 0.70 mL にエタノール (95) 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をエタノール (95) 25 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 0.50 mL にエタノール (95) 25 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし、希塩酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かし、希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 10 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をギ酸/クロロホルム混液 (1:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ギ酸/クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2  $\mu\text{L}$  につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のバルプロ酸以外のピークの合計面積は、標準溶液のバルプロ酸のピーク面積より大きくない。

### 操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールアジピン酸エステル及びリン酸を 150 ~ 180  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % 及び 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 145 °C 付近の一定温度

キャリヤーガス: 窒素

流量: バルプロ酸の保持時間が 6 ~ 10 分になるよう