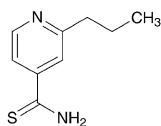


## プロチオナミド

Prothionamide



C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>S : 180.27

2-Propylpyridine-4-carbothioamide [14222-60-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロチオナミド (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール又は酢酸(100)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溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸及び希硫酸に溶ける。

### 確認試験

(1) 本品 0.05 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を混和し、その約 0.01 g を試験管にとり、小火炎を用いて数秒間加熱して融解する。冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加えるとき、液は赤色～だいだい赤色を呈する。

(2) 本品 0.5 g を 100 mL のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、時々振り混ぜながら加熱して溶かすとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。更に、この液を 3 ~ 5 mL となるまで穏やかに煮沸し、冷後、酢酸(100) 20 mL を徐々に加え、水浴上で加熱するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛(II)紙を黒変する。更に、水浴上で送風しながら液量が 3 ~ 5 mL となるまで濃縮し、冷後、水 10 mL を加え、よくかき混ぜ、吸引ろ取し、速やかに水から再結晶し、デシケーター(減圧、シリカゲル)で 6 時間乾燥するとき、その融点は 198 ~ 203 °C (分解) である。

融点 142 ~ 145 °C

### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をエタノール(95) 20 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 酸 本品 3.0 g にメタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、これに水 100 mL を加え、氷水中で振り混ぜながら結晶を析出させた後、ろ過する。ろ液 80 mL をとり、室温に戻し、クレゾールレッド試液 0.8 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液 (1 → 50) 10 mL を加えた後、過酸化水素(30) 1.5 mL を加え、点

火して燃焼させる (3.3 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °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、酢酸(100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: p-ナフトールベンゼイン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液のだいだい赤色が暗だいだい褐色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 18.027 \text{ mg C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}$$

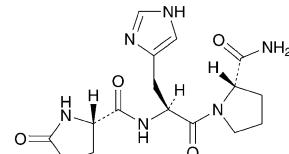
### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## プロチレリン

Protirelin



C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>N<sub>6</sub>O<sub>4</sub> : 362.38

5-Oxo-L-prolyl-L-histidyl-L-prolinamide [24305-27-9]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プロチレリン (C<sub>16</sub>H<sub>22</sub>N<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水、メタノール、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすい。

本品は吸湿性である。

### 確認試験

(1) 本品 0.01 g を硬質試験管にとり、6 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え、試験管の上部を融封し、注意して 110 °C で 5 時間加熱する。冷後、開封し、内容物をビーカーに移し、水浴上で蒸発乾固する。残留物を水 1 mL に溶かし、試料溶液とする。別に L-グルタミン酸 0.08 g、L-ヒスチジン塩酸塩一水和物 0.12 g 及び L-プロリン 0.06 g を水 20 mL に溶かし、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 μL 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/ピリジン/酢酸(100)混合(4 : 1 : 1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を 100 °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 3 個のスポットは、標準溶液から得たそれに対応するスポットと色調及び R<sub>f</sub> 値が等しい。

(2) 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考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。