

3 mg に対応する量を精密に量り、るつぼに入れ、秤取量の2倍量の炭酸カリウムを加えてよく混ぜる。ただし、秤取量が4 g 以下の場合は炭酸カリウム8 g を加えてよく混ぜる。次にるつぼを台上で静かにたたいて内容物を密にし、その上部に更に炭酸カリウム10 g を加え、再びたたいて密にする。これを675～700°Cで25分間強熱し、冷後、水30 mL を加え、穏やかに煮沸した後、フラスコにろ過する。残留物に水30 mL を加えて煮沸し、前のフラスコにろ過し、次にるつぼ及び漏斗上の炭化物をろ液の全量が300 mL となるまで熱湯で洗い込む。この液に新たに製した臭素試液7 mL 及び薄めたリン酸(1→2)を炭酸カリウム1 g につき3.5 mL の割合で徐々に加えた後、発生するガスが潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変しなくなるまで煮沸し、フラスコの内壁を水で洗い、更に5分間煮沸を続ける。煮沸時には、しばしば水を補い、液量が少なくとも250 mL に保つようとする。冷後、フェノール溶液(1→20)5 mL を加え、再びフラスコの内壁を水で洗い込み、5分間放置した後、これに薄めたリン酸(1→2)2 mL 及びヨウ化カリウム試液5 mL を加え、直ちに遊離したヨウ素を0.01 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3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.01 \text{ mol/L} \text{ チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 0.33286 \text{ mg } \text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{I}_4\text{NNaO}_4 \end{aligned}$$

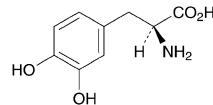
#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

## レボドパ

Levodopa



C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>4</sub> : 197.19

3-Hydroxy-L-tyrosine [59-92-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、レボドパ(C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>4</sub>) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色又はわずかに灰色を帯びた白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はギ酸に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品の飽和水溶液のpHは5.0～6.5である。

融点：約275°C(分解)。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液(1→1000)5 mL にニンヒドリン試液1 mL を加え、水浴中で3分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→5000)2 mL に4-アミノアンチピリン試液10 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈

する。

(3) 本品3 mg を0.001 mol/L 塩酸試液に溶かし、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。

吸 光 度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (280 nm) : 136～146 (乾燥後、0.03 g, 0.001 mol/L 塩酸試液、1000 mL)。

旋 光 度  $[\alpha]_D^{25}$  : -11.5～-13.0° (乾燥後、2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液、50 mL, 100 mm)。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品1.0 g を1 mol/L 塩酸試液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 を希硝酸6 mL に溶かし、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0.40 g に希塩酸1 mL 及び水30 mL を加えて溶かし、水を加えて50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.005 mol/L 硫酸0.25 mL を加える(0.030 % 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) ヒ素 本品1.0 g を希塩酸5 mL に溶かし、これを検液とし、装置Bを用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) 他のアミノ酸 本品0.10 g を二亜硫酸ナトリウム試液10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液1 mL を正確に量り、二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に25 mL とする。この液1 mL を正確に量り、二亜硫酸ナトリウム試液を加えて正確に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 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロース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)/メタノール混液(10:5:5:1)を展開溶媒として、約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。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、90°Cで10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0.3 g を精密に量り、ギ酸3 mL に溶かし、酢酸(100)80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: クリスタルバイオレット試液3滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑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。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 19.719 \text{ mg } \text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_4$$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。