

下である。ただし、比較液は、中和に要した薄めた硝酸 (1→3) の 1/5 量を取り、水浴上で蒸発乾固した後、0.01mol/L 塩酸 1.4mL を加え、更に水を加えて 20mL とし、以下同様に操作して試験を行う。

(3) 硫酸塩 本品 1.0g をとり、水 20mL を加えて煮沸する。冷後、薄めた塩酸 (2→3) で中和した後、薄めた塩酸 (2→3) 0.5mL を加え、10 分間氷冷後、ろ過し、残留物を冷水で洗い、ろ液と洗液を合わせて 100mL としたものを試料溶液とする。試料溶液 4 mL をとり、水を加えて 20mL とし、塩化バリウム試液 2 mL を加え、1 時間放置後、混濁を比較するとき、その限度は、1.5% 以下である。ただし、比較液は、中和に要した薄めた塩酸 (2→3) の 3/5 量を取り、水浴上で蒸発乾固した後、0.005mol/L 硫酸 1.25mL 及び薄めた塩酸 (2→3) 0.3mL を加え、更に水を加えて 20mL とし、以下同様に操作して試験を行う。

(4) 過酸化ナトリウム及びホウ砂 本品 2.0g に新たに煮沸し冷却した水 100mL を加えて溶かし、メチルオレンジ試液 2 滴を加え、1 mol/L 塩酸で滴定するとき、その消費量は、17.0~22.0mL である。

(5) 重金属 本品 1.0g に水 10mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水浴上でかき混ぜながら蒸発乾固する。残留物に水 25mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(6) ヒ素 本品 0.20g をとり、亜硫酸水約 4 mL を加え、水浴上で加熱し、ほとんど蒸発乾固した後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、これに希硫酸 10mL を加えて 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL = 4.991mg $\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

過硫酸カリウム

Potassium Persulfate

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$:270.32

本品は、定量するとき、過硫酸カリウム ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 95.0% 以上を含む。

性状 本品は、無色～白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.1g に硫酸マンガン溶液 (1→10) 10mL、硫酸 2 mL 及び硝酸銀溶液 (1→50) 2 mL を加えて加温するとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→30) は、カリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 30mL を加えて、加熱して溶かすとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g を白金るつぼにとり、無水炭酸ナトリウム 1g を加えてかき混ぜ、徐々に加熱した後、強熱する。冷後、水 30mL を加えて溶かし、pH 約 4 となるように薄めた硝酸 (1→3) で中和する。これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.01% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g に温水 30mL を加えて溶かし、塩酸 3 mL を加えた後、水浴上で約 5 mL になるまで蒸発濃縮する。冷後、水 10mL を加え、更にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加する。これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 5.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 0.50g をとり、第 2 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

定量法 本品約 2g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。この液 50mL を正確にとり、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 50mL を正確に加え、更にリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 1 mL = 13.52mg $K_2S_2O_8$

過硫酸ナトリウム

Sodium Persulfate

$Na_2S_2O_8 \cdot 238.10$

本品は、定量するとき、過硫酸ナトリウム ($Na_2S_2O_8$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 薄めた硫酸 (1→20) 5 mL に硫酸マンガン溶液 (1→100) 2～3 滴を加え、更に硝酸銀試液 1 滴及び本品 0.2g を加えて加温するとき、液は、紅色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→30) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 30mL を加え、加熱して溶かすとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g 及び無水炭酸ナトリウム 1g をるつぼにとり、かき混ぜ、徐々に加熱した後、強熱する。冷後、水 10mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の紅色が消えるまで希硝酸を加え、更に希硝酸 10mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.009% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g に温湯 30mL 及び塩酸 3 mL を加え、水浴上で約 5 mL になるまで蒸発した後、水 10mL を加える。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 0.50g をとり、第 2 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

定量法 本品約 2g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。この液 50mL を正確に量り、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 50mL を正確に加え、更にリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 1 mL = 11.91mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$

乾燥硫酸ナトリウム

Exsiccated Sodium Sulfate

硫酸ナトリウム (乾燥)

Na_2SO_4 : 142.04

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸ナトリウム (Na_2SO_4) 99.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) は、硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 (1) 溶状及び液性 本品 0.5g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明で、中性である。

(2) 塩化物 本品 0.5g をとり、試験を行うとき、その限度は 0.036% 以下である。ただし、比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.5mL をとる。

(3) 重金属 本品 2.0g をとり、第 1 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 1 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

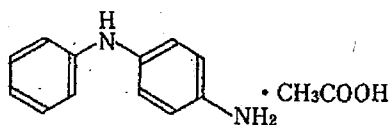
乾燥減量 11.4% 以下 (2g, 105°C, 4 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水 200mL を加えて溶かし、塩酸 1.0mL を加えて煮沸した後、熱時塩化バリウム試液 8 mL を徐々に加える。この液を水浴上で 1 時間加熱し、冷後、沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗った後、乾燥し、徐々に温度を上げて 500~600°C で恒量になるまで強熱し、その質量を量り、硫酸バリウム (BaSO_4 : 233.39) の量とする。

硫酸ナトリウム (Na₂SO₄) の量 (mg) = 硫酸バリウム (BaSO₄) の量 (mg) × 0.6086

酢酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン

N-Phenyl-*p*-phenylenediamine Acetate



C₁₂H₁₂N₂ · CH₃COOH:244.29

本品を乾燥したものは、定量するとき、酢酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン (C₁₂H₁₂N₂ · CH₃COOH) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰紫色～黒紫色の粉末で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.01g に希塩酸 10mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は、赤褐色を呈し、次いで緑褐色に変わる。

(2) 本品 1g に薄めたエタノール (3→10) 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 3mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は黄色～だいたい色を呈し、混濁する。

(3) 本品 0.2g に薄めた硫酸 (1→2) 1mL を加えて加温するとき、酢酸ようのにおいを発生する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10:1:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する *R_s* 値 0.8 付近に暗赤色～赤褐色のスポットを認める。

(5) 本品 0.03g にエタノール (95) 200mL を加えて溶かし、その 2mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 285～289nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にメタノール 100mL を加えて溶かすとき、液は、暗青紫色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20 ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0 mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (4) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する R_f 値 0.8 付近に単一の暗赤色～赤褐色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.2%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 12.21 mg $C_{12}H_{12}N_2 \cdot CH_3COOH$

1,4-ジアミノアントラキノン

1,4-Diaminoanthraquinone

$C_{14}H_{10}N_2O_2$: 238.24

本品を乾燥したものは、定量するとき、1,4-ジアミノアントラキノン ($C_{14}H_{10}N_2O_2$) 80.0% 以上を含む。

性状 本品は、紫色～黒紫褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は、赤黄褐色を呈し、次いでアンモニア水 (28) 1 mL を加えるとき、液の色は、赤色に変わる。

(2) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10 mL に 1, 2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム溶液 (1→100) 1 mL を加えるとき、液は、濃赤色を呈する。

(3) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレートのエタノール (95) 溶液 (1→100) 5 mL を加えるとき、紫褐色～黒色の

沈殿を生じる。

(4) 本品 0.01g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 246~250nm に吸収の極大を示す。

融 点 256~270°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.02g にアセトン 20mL を加えて溶かすとき、液は、紫色~濃赤紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.10g をとり、硫酸 5 滴を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、更に硫酸で潤し、完全に灰化する。冷後、残留物に塩酸 0.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希塩酸 3 滴を加えて加温し、水を加えて溶かし正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、0.1% 以下である。ただし、比較液には鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

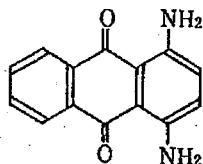
乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 105°C, 2 時間)

強熱残分 5.0% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。

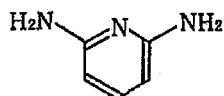
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 11.91mg $C_{14}H_{10}N_2O_2$

(参考)



2,6-ジアミノピリジン

2,6-Diaminopyridine



本品を乾燥したものは、定量するとき、2,6-ジアミノピリジン (C₅H₇N₃) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、褐色～黒色の粉末、粒、結晶又は固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→1000) 10mLに塩化鉄 (III) 試液/ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液混液 (1:1) 1滴を加えるとき、液は、直ちに濃青色～濃青緑色を呈し、混濁する。

(2) 本品 0.05gにエタノール (95) 100mLを加えて溶かし、その1mLをとり、エタノール (95) を加えて 500mLとする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243～247nm 及び 307～311nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01gに2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1mLずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1gを加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1μLずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25:5:4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する *R_f* 値 0.7 付近にだいたい色のスポットを認める。

融点 109～122°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10gに薄めた酢酸 (31) (9→50) 100mLを加えて溶かすとき、液は、暗黄緑褐色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0gをとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mLをとる。

(3) 重金属 本品 1.0gをとり、硫酸 5mL及び硝酸 20mLを加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3mLずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL及びフェノールフタレイン試液 1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2mLを加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mLとし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mLをとる。

(4) ヒ素 本品 1.0gをとり、硫酸 2mL及び硝酸 5mLを加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3mLずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mLを加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mLとし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸

メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.7 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 2.0%以下 (2g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 1.5%以下 (第1法, 1g)

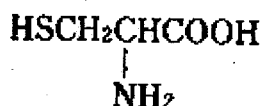
定量法 本品を乾燥し, その約 0.06g を精密に量り, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 3.638mg $C_5H_7N_3$

DL-システイン

DL-Cysteine

DL-システイン (2)



$C_3H_7NO_2S$:121.16

本品を乾燥したものは, 定量するとき, DL-システイン ($C_3H_7NO_2S$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 5mL に希ヨウ素試液又は過マンガン酸カリウム試液 1滴を加えるとき, 試液の色は, 直ちに消える。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に水酸化ナトリウム試液 2mL 及びペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 2滴を加えるとき, 液は, 赤紫色を呈する。

(3) 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (2→25) は旋光性を示さない。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 20mL を加えて溶かすとき, 液は, 無色でほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5g に水 20mL を加えて溶かし, 過酸化水素(30)2mL を加え, 水浴上で 15 分間加温し, 冷後, ろ過し, ろ紙上の残留物をろ液が 50mL になるまで水で洗う。ろ液 25mL をとり, 希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とし, これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 0.1%以下である。ただし, 比較液には, 0.01mol/L 塩酸 0.7mL をとる。

(3) 硫酸塩 本品 0.50g をとり, 試験を行うとき, その限度は, 0.029%以下である。ただし, 比較液には, 0.005mol/L 硫酸 0.30mL をとる。

(4) 重金属 本品 5.0g に硝酸 10mL 及び硫酸 4mL を加え, 白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後, 硝酸 4mL ずつを 2 回加えて加熱し, 更に過酸化水素(30)4mL ずつを数回加え, 液が無色~微黄色になるまで加熱する。冷後, シュウ酸アンモニウム飽和溶液

4mLを加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて50mLとし、試料原液とする。試料原液10mLをとり、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸2mLを加え、必要ならばろ過し、水10mLで洗い、ろ液に洗液を合わせ、水を加えて50mLとする。これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm以下である。ただし、比較液には、鉛標準液2.0mLをとる。

(5) 鉄 本品2.0gに水15mLを加えて溶かし、更に希硝酸5mL、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.05g及び水を加えて25mLとする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、3ppm以下である。ただし、比較液には、鉄標準液0.60mLをとる。

(6) ヒ素 (4)の試料原液20mLをとり、試験を行うとき、その限度は、1ppm以下である。

(7) シスチン 本品1.2gにメタノール15mL及び塩酸0.8mLを加えて溶かし、ピリジン10mLを加え、2分間激しく振り混ぜ、10分間放置した後、手早く水を加えて50mLとし、1分間放置するとき、液は、澄明である。

乾燥減量 0.5%以下 (0.5g, 減圧・1.34kPa以下, シリカゲル, 24時間)

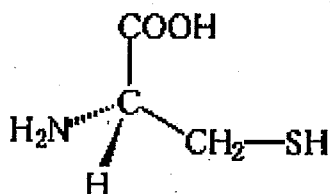
強熱残分 0.05%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム試液25mL及び希塩酸5mLを加え、振り混ぜて溶かす。これに0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え、密栓し、氷水中で20分間暗所に放置した後、0.1mol/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3mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/Lヨウ素液1mL=12.12mg $C_3H_7NO_2S$

L-システイン

L-Cysteine



$C_3H_7NO_2S$:121.16

本品を乾燥したものは、定量するとき、L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品につき、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測定するとき、波数 1585cm^{-1} , 1425cm^{-1} , 1395cm^{-1} , 1350cm^{-1} 及び 1295cm^{-1} 付近に吸収を認め

る。

(2) 本品 50mg に水 5mL, 希ヨウ素試液又は過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき, 試液の色は, 直ちに消える。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 5mL にピリジン 0.5mL 及びニンヒドリン溶液 (1→100) 1mL を加えて 3 分間加熱するとき, 液は, 紫色～紫褐色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +7.0~+9.5° (乾燥後, 8g, 1 mol/L 塩酸, 100mL)

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 20mL を加えて溶かすとき, 液は, 無色でほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5g に水 20mL を加えて溶かし, 過酸化水素(30)2mL を加え, 水浴上で 15 分間加温し, 冷後, ろ過し, ろ紙上の残留物をろ液が 50mL になるまで水で洗う。ろ液 25mL をとり, 希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とし, これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 0.1% 以下である。ただし, 比較液には, 0.01mol/L 塩酸 0.7mL をとる。

(3) 硫酸塩 本品 0.80g に希塩酸 3mL 及び水 2mL を加えて溶かし, 水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 0.030% 以下である。ただし, 比較液には, 0.005mol/L 硫酸 0.50mL をとる。

(4) 重金属 本品 1.0g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行うとき, その限度は, 20ppm 以下である。ただし, 比較液には, 鉛標準液 2.0mL をとる。

(5) 鉄 本品 2.0g に水 15mL を加えて溶かし, 更に希硝酸 5mL, ペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.05g 及び水を加えて 25mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 3ppm 以下である。ただし, 比較液には, 鉄標準液 0.60mL をとる。

(6) ヒ素 本品 1.0g をとり, 第 3 法により試料溶液を調製し, 試験を行うとき, その限度は, 2ppm 以下である。

(7) シスチン 本品 1.2g にメタノール 15mL 及び塩酸 0.8mL を加えて溶かし, ピリジン 10mL を加え, 2 分間激しく振り混ぜ, 10 分間放置した後, 手早く水を加えて 50mL とし, 1 分間放置するとき, 液は, 澄明である。

乾燥減量 0.5% 以下 (0.5g, 減圧・1.34kPa 以下, シリカゲル, 24 時間)

強熱残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 共栓フラスコに入れ, ヨウ化カリウム試液 25mL 及び希塩酸 5mL を加え, 振り混ぜて溶かす。これに 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を正確に加え, 密栓し, 氷水中で 20 分間暗所に放置した後, 0.1mol/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 3mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1 mL = 12.12mg $C_3H_7NO_2S$

1,5-ジヒドロキシナフタレン

1,5-Dihydroxynaphthalene

本品は、主として1,5-ジヒドロキシナフタレン ($C_{10}H_8O_2$: 160.17) からなる。

性状 本品は、淡褐色又は灰褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→1000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、緑褐色を呈する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用1-ナフトールのそれぞれ 0.01g に2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板にリンモリブデン酸試液を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用1-ナフトールに対する R_f 値 0.6 付近に灰青色～青色のスポットを認める。

(3) 本品 0.02g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 297～301nm, 315～319nm 及び 329～333nm に吸収の極大を示す。

融点 251～261°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にエタノール (95) 10mL を加えて溶かすとき、液は、淡褐色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 0.50g をとり、硫酸 5 滴を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、更に硫酸で潤し、完全に灰化する。冷後、残留物に塩酸 0.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希塩酸 3 滴を加えて加温し、水を加えて溶かし正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、0.02% 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

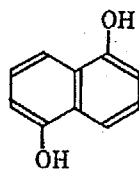
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2mL 及び硝酸 5mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用1-ナフトールに対する R_f 値 0.6 付近に単一の灰青色～青色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

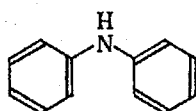
強熱残分 2.0% 以下 (第1法, 1g)

(参考)



ジフェニルアミン

Diphenylamine



$C_{12}H_{11}N$:169.22

本品を乾燥したものは、定量するとき、ジフェニルアミン ($C_{12}H_{11}N$) 97.0%以上を含む。
性 状 本品は、白色又は淡褐色～淡黄褐色の粉末又は固体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.01g に塩酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、硝酸 1 滴を加えるとき、液は、深青色を呈する。

(2) 本品 0.01g に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は、わずかに黄緑色を呈し、更に亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を滴加するとき、液の色は、濃青色に変わる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 \rightarrow 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンと等しい *R_F* 値に黄緑色のスポットを認める。

(4) 本品 0.03g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 1 mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283~287nm に吸収の極大を示す。

融 点 50~55 $^{\circ}$ C (第 1 法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にエタノール (95) 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色～微黄色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更

に時々、硝酸2～3mLずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水10mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸2mLを加え、必要ならばろ過し、残留物を水10mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mLとし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm以下である。ただし、比較液には、鉛標準液2.0mLをとる。

(4) ヒ素 本品1.0gをとり、硫酸2mL及び硝酸5mLを加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸2～3mLずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて10mLとし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験(3)で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンと等しいR_F値に単一の黄緑色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5%以下(1.5g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.2%以下(第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.30gを精密に量り、窒素定量法(第2法)により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 16.92mg C₁₂H₁₁N

臭素酸カリウム

Potassium Bromate

KBrO₃ : 167.00

本品を乾燥したものは、定量するとき、臭素酸カリウム(KBrO₃)99.0%以上を含む。

性状 本品は無色～白色の結晶性の粉末である。

確認試験(1) 本品の水溶液(1→30)は臭素酸塩の定性反応(1)を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→30)はカリウム塩の定性反応(1)及び(2)を呈する。

純度試験(1) 液性 本品の水溶液(1→30)は、中性である。

(2) 臭化物 本品2.0gに水40mLを加えて溶かし、メチルオレンジ試液1滴及び薄めた硫酸(3→100)0.25mLを加えるとき、液は赤色を呈する。これを更に振り混ぜるとき、液の色は直ちに消えない。

(3) 重金属 本品2.0gに水10mLを加え加温しながら溶かし、塩酸10mLを加え、水浴上で蒸発乾固した後、水20mLを加えて溶かし、薄めた酢酸(100)(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、10ppm以下である。ただし、比較液には、鉛標準液2.0mLをとる。

(4) ヒ素 本品 0.5g に水 5mL を加え、加温しながら溶かし、塩酸 5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、水を加えて 5mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105°C, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 1.5g 及び薄めた硫酸 (1→5) 10mL を加え、直ちに密栓して冷暗所に 5 分間放置した後、0.1mol/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 3mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL=2.783mg KBrO_3

ゼオライト

Zeolite

合成ゼオライト

本品は、主として含水ケイ酸アルミニウムナトリウムからなる合成ゼオライトである。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1g に水 10mL 及び硫酸 5mL を加え白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 20mL を加えて 2~3 分煮沸した後、ろ過する。その残留物の色は、灰色である。

(2) (1) のろ液は、アルミニウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) (1) のろ液は、ナトリウム塩の定性反応 (2) を呈する。

純度試験 (1) アルカリ 本品 2.0g に水 100mL を加え、よく振り混ぜ、30 分間放置した後、ろ過する。ろ液 50mL をとり、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.02mol/L 塩酸で滴定するとき、その消費量は、8.0mL 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0g を水 2mL に分散し、希塩酸 10mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。残留物を水 10mL で洗い、洗液はろ液に合わせ、アンモニア水 (28) を滴加し、沈殿がわずかに析出したとき、強く振り動かしながら希塩酸を滴加して再び溶かす。この液に塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.15g を加え加熱し、冷後、酢酸ナトリウム 0.15g、希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL、塩酸ヒドロキシアニモニウム 0.15g、酢酸ナトリウム 0.15g、希酢酸 2mL 及び水を加えて 50mL としたものを用いる。

(3) ヒ素 本品 0.4g をとり、水 5mL 及び硫酸 1mL を加え白煙が発生するまで加熱する。冷後、注意しながら水を加えて 5mL とし、これを試料溶液として、試験を行うとき、その限度は、5ppm 以下である。

乾燥減量 30.0%以下 (2g, 105°C, 2時間)

セスキ炭酸ナトリウム

Sodium Sesquicarbonate

二炭酸一水素三ナトリウム

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : 226.03$

本品は定量するとき、セスキ炭酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→30) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→30) は、炭酸塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 1.0 g に新たに煮沸し冷却した水 100 mL を加えた液の pH は、9.0~10.5 である。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 1.0 g をとり加熱するとき、発生するガスは、潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(3) 重金属 本品 2.0 g を水 5 mL に溶かし、塩酸 4.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL、水 35 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とする。これを試料溶液として、第 4 法により試験を行うとき、その限度は、10 ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0 mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0 g を水 3 mL に溶かし、塩酸 2 mL を加え、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

定量法 本品約 3 g を精密に量り、水 25 mL に溶かし、液の青色が黄緑色に変わるまで 5 mol/L 硫酸で滴定した後、注意して煮沸し、冷後、帯緑黄色を呈するまで滴定する (指示薬：プロモクレゾールグリーン試液 2 滴)。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 75.35 mg $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

炭酸アンモニウム

Ammonium Carbonate

本品は、定量するとき、アンモニア ($\text{NH}_3 : 17.03$) として 20.0%以上を含む。

性状 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は固体で、アンモニアのにおいがある。

確認試験 (1) 本品は、アンモニウム塩の定性反応を呈する。

(2) 本品は、炭酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験(1) 溶状 本品 2.0g に水 20mL を加えて溶かすとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0g を水 30mL に溶かし、薄めた硝酸(1→10)を加えて中和し、更に薄めた硝酸(1→10) 6 mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.0053% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.30mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、水浴上で揮散させ、その残留物に希酢酸 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 0.50g をとり、第 1 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

強熱残分 0.02% 以下(第 2 法, 10g)

定量法 あらかじめ水約 10mL を入れて精密に質量を量った共栓フラスコに本品約 1.0g を量って入れた後、その質量を精密に量り、100mL のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 100mL とし、この液 10mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸 25mL を正確に量って徐々に加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: プロモフェノールブルー試液 4~5 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 塩酸 1 mL = 1.703mg NH₃

チオグリコール酸モノエタノールアミン液

Monoethanolamine Thioglycolate Solution

本品は、チオグリコール酸モノエタノールアミンの水溶液で、定量するとき、チオグリコール酸(C₂H₄O₂S:92.12)として表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は、無色~淡黄色又は淡紅色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験(1) 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5g に対応する量を取り、水を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 5mL にアンモニア試液を加えて中和し、塩化鉄(Ⅲ)試液 2~3 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 1mL に希塩酸 0.2mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.3mL を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(3) 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 1g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム溶液(5→10) 4mL を加え、水浴上で加熱して約 4mL まで濃縮する。冷後、酢酸エチル 10mL を加え、よく振り混ぜ、10 分間静置する。酢酸エチルの上層部 5mL をとり、水 0.5mL、ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液 0.2mL、薄めた過酸化水素試液(1→2) 1 滴及びアセトン 0.5mL を加え、よく振り混ぜるとき、下層の水層は、赤紫色を呈する。

純度試験(1) 溶状 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5.0g に対応する量を取り、水

を加えて 100mL とした液は、澄明又はほとんど澄明である。

(2) 重金属 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5.0g に対応する量を取り、硫酸 5mL を加え、よく振り混ぜた後、注意しながら硝酸 20mL を徐々に加え、穏やかに加熱する。液が、無色～微黄色にならないときは、冷後、時々硝酸 2～3mL を追加し、内容物が無色～微黄色になるまで加熱する。冷後、過塩素酸 1mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、試料原液とする。試料原液 20mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2mL を加え、必要ならば過し、水 10mL で洗い、ろ液に洗液を合わせ、水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) 鉄 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 2.5g に対応する量を取り、徐々に加熱して炭化し、次いで強熱して灰化する。残留物に塩酸 1mL 及び硝酸 0.2mL を加えて、水浴上で蒸発乾固し、希硝酸 2mL 及び水 20mL を加えて溶かし、更にペルオキソ二硫酸アンモニウム 0.05g 及び水を加えて 25mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、1 ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 0.50mL をとる。

(4) ヒ素 (2) の試料原液 10mL をとり、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) ジチオジグリコール酸 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 1.0g に対応する量を取り、水を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20mL をとり、1 mol/L 塩酸 30mL 及び亜鉛粉末 (85) 1.5g を加え、気泡を巻き込まないようにスターラーで 2 分間かき混ぜた後、ろ紙 (4 種) を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を水少量ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を a mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を b mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。

次式により、ジチオジグリコール酸 ($C_4H_6O_4S_2$) の含量 (%) を求めるとき、1.5% 以下である。

$$\text{ジチオジグリコール酸}(C_4H_6O_4S_2)\text{の含量}(\%) = \{0.9111 \times (a - b) \times 5\} / W$$

W: 本品採取量 (g)

(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を A mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を B mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 (A - B) は、0.4mL 以下である。

強熱残分 0.25% 以下 (第 1 法; チオグリコール酸 2g に対応する量)

定量法 本品の表示量に従い、チオグリコール酸約 1g に対応する量を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 20mL を正確にとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定する（指示薬：デンプン試液 3mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05mol/L ヨウ素液 1 mL = 9.212mg $C_2H_4O_2S$

(参考)



チオグリコール酸

Thioglycolic Acid

$C_2H_4O_2S$:92.12

本品は、定量するとき、チオグリコール酸 ($C_2H_4O_2S$) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、無色～淡黄色の液で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 5mL にアンモニア試液を加えて中和し、塩化鉄 (III) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 1mL に亜硝酸ナトリウム試液 0.3mL を加えるとき、液は、赤色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 5.0g に水を加えて 100mL とした液は、澄明又はほとんど澄明である。

(2) 重金属 本品 5.0g に硫酸 5mL を加え、よく振り混ぜた後、注意しながら硝酸 20mL を徐々に加え、穏やかに加熱する。液が、無色～微黄色にならないときは、冷後、時々硝酸 2～3mL を追加し、内容物が無色～微黄色になるまで加熱する。冷後、過塩素酸 1mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、試料原液とする。試料原液 10mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2mL を加え、必要ならばろ過し、水 10mL で洗い、ろ液に洗液を合わせ、水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) 鉄 本品 2.5g をとり、徐々に加熱して炭化し、次いで強熱して灰化する。残留物に塩酸 1mL 及び硝酸 0.2mL を加えて、水浴上で蒸発乾固し、希硝酸 2mL 及び水 20mL を加えて溶かし、更にペルオキソ二硫酸アンモニウム 0.05g 及び水を加えて 25mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 0.50mL をとる。

(4) ヒ素 (2) の試料原液 5mL をとり、試験を行うとき、その限度は、4ppm 以下である。

(5) ジチオジグリコール酸 本品 1.0g に水を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20mL をとり、1 mol/L 塩酸 30mL 及び亜鉛粉末 (85) 1.5g を加え、気泡を巻き込まないようにスターラーで 2 分間かき混ぜた後、ろ紙 (4 種) を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を水少量ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を a mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を b mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。

次式により、ジチオジグリコール酸 ($C_4H_6O_4S_2$) の含量 (%) を求めるとき、3% 以下である。

$$\text{ジチオジグリコール酸}(C_4H_6O_4S_2)\text{の含量}(\%) = \{0.9111 \times (a-b) \times 5\} / W$$

W: 本品採取量 (g)

(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を A mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を B mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 (A-B) は、0.4mL 以下である。

強熱残分 0.40% 以下 (第 1 法, 1 g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 20mL を正確にとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.05\text{mol/L ヨウ素液 } 1\text{ mL} = 9.212\text{mg } C_2H_4O_2S$$

(参考)

HSCH₂COOH

チオグリコール酸アンモニウム液

Ammonium Thioglycolate Solution

本品は、チオグリコール酸アンモニウムの水溶液で、定量するとき、チオグリコール酸 ($C_2H_4O_2S:92.12$) として表示量の 90~110% を含む。

性 状 本品は、無色～淡黄色又は淡紅色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5g に対応する量を取り、水を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 5mL にアンモニア試液を加えて中和し、塩化鉄 (Ⅲ) 試液 2～3 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 1mL に希塩酸 0.2mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.3mL を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(3) 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 0.5g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム試液 5mL を加えて加温するとき、アンモニアのにおいを発し、このガスは、潤した赤色リトマス紙を青変する。

純度試験 (1) 溶状 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5.0g に対応する量を取り、水を加えて 100mL とした液は、澄明又はほとんど澄明である。

(2) 重金属 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 5.0g に対応する量を取り、硫酸 5mL を加え、よく振り混ぜた後、注意しながら硝酸 20mL を徐々に加え、穏やかに加熱する。液が、無色～微黄色にならないときは、冷後、時々硝酸 2～3mL を追加し、内容物が無色～微黄色になるまで加熱する。冷後、過塩素酸 1mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、試料原液とする。試料原液 20mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2mL を加え、必要ならばろ過し、水 10mL で洗い、ろ液に洗液を合わせ、水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) 鉄 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 2.5g に対応する量を取り、徐々に加熱して炭化し、次いで強熱して灰化する。残留物に塩酸 1mL 及び硝酸 0.2mL を加えて、水浴上で蒸発乾固し、希硝酸 2mL 及び水 20mL を加えて溶かし、更にペルオキソ二硫酸アンモニウム 0.05g 及び水を加えて 25mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、1ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 0.50mL をとる。

(4) ヒ素 (2) の試料原液 10mL をとり、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) ジチオジグリコール酸 本品の表示量に従い、チオグリコール酸 1.0g に対応する量を取り、水を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20mL をとり、1mol/L 塩酸 30mL 及び亜鉛粉末 (85) 1.5g を加え、気泡を巻き込まないようにスターラーで 2 分間かき混ぜた後、ろ紙 (4 種) を用いて吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を水少量ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を a mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を b mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。

次式により、ジチオジグリコール酸 ($C_4H_6O_4S_2$) の含量 (%) を求めるとき、1.5% 以

下である。

$$\text{ジチオジグリコール酸}(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{S}_2)\text{の含量}(\%) = \{0.9111 \times (a-b) \times 5\} / W$$

W : 本品採取量 (g)

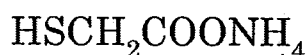
(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を A mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素試液で滴定し、その消費量を B mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 ($A-B$) は、0.4mL 以下である。

強熱残分 0.25% 以下 (第 1 法, チオグリコール酸 2g に対応する量)

定量法 本品の表示量に従い、チオグリコール酸約 1g に対応する量を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 20mL を正確にとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.05\text{mol/L ヨウ素液 } 1\text{ mL} = 9.212\text{mg } \text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{S}$$

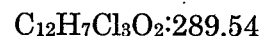
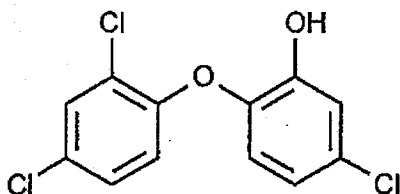
(参考)



トリクロサン

Triclosan

トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル



本品を乾燥したものは、定量するとき、トリクロサン ($\text{C}_{12}\text{H}_7\text{Cl}_3\text{O}_2$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品につき、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測定するとき、波数 3320cm^{-1} , 1600cm^{-1} , 1505cm^{-1} , 1475cm^{-1} , 1420cm^{-1} , 1350cm^{-1} , 1285cm^{-1} , 1230cm^{-1} , 1105cm^{-1} 及び 860cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融 点 54~59°C (第1法)

純度試験 (1) 塩化物 本品 1.0g に水 50mL を加え、1 分間よく振り混ぜてろ過する。ろ液 5mL に硝酸銀試液 2~3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は 20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) ヒ素 本品 1.0g に硫酸 2mL 及び硝酸 5mL を加えて、穏やかに加熱する。更に時々硝酸を 2~3mL ずつ追加し、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱しながら濃縮する。冷後、水を加えて 10mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は 2ppm 以下である。

乾燥減量 0.1%以下 (1g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)

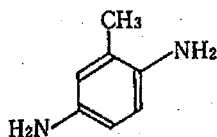
強熱残分 0.1%以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 80mL を加えて溶かし、0.1mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・N, N-ジメチルホルムアミド試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は、液の黄色が青色に変わる点とする。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド液 1mL = 28.95mg $C_{12}H_7Cl_3O_2$

トルエン-2,5-ジアミン

Toluene-2,5-diamine



$C_7H_{10}N_2$:122.17

本品を乾燥したものは、定量するとき、トルエン-2,5-ジアミン ($C_7H_{10}N_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色~微黄色、又は淡赤紫色の粉末又は固体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL にフルフラール・酢酸試液 5 滴を加えるとき、液は、赤黄色を呈する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標

準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 \rightarrow 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.9 付近に帯赤黄色～黄色のスポットを認める。

(3) 本品 0.15g に水 100mL を加えて溶かし、その 1 mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235～239nm 及び 301～305nm に吸収の極大を示す。

融 点 60～66 $^{\circ}$ C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希塩酸 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色～淡赤紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は 2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.9 付近に単一の帯赤黄色～黄色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 5.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

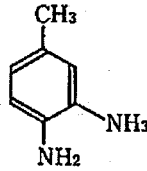
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.11g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 6.109mg $C_7H_{10}N_2$

トルエン-3,4-ジアミン

Toluene-3,4-diamine



C₇H₁₀N₂:122.17

本品を乾燥したものは、定量するとき、トルエン-3,4-ジアミン (C₇H₁₀N₂) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰色～褐色の結晶性の粉末又は固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、帯赤黄色を呈し、混濁する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する *R_s* 値 1.4 付近に黄色～帯黄赤色のスポットを認める。

(3) 本品 0.015g に水 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 293～297nm に吸収の極大を示す。

融点 88～93°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希塩酸 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色～淡紫褐色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を

加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 1.4 付近に単一の黄色～帯黄赤色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.2%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

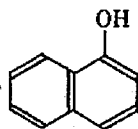
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.11g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 6.109mg $C_7H_{10}N_2$

α -ナフトール

α -Naphthol



$C_{10}H_8O$:144.17

本品を乾燥したものは、定量するとき、 α -ナフトール ($C_{10}H_8O$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色、淡褐色、淡灰赤紫色又は淡灰紫色の結晶性の粉末又は固体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は、白色～淡褐色の混濁を生じ、しばらく放置するとき、紫褐色～褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10000) 10mL に硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物溶液 (1→100) 1 mL を加えるとき、液は、白濁し、次いで淡紫色～紫色に変わる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板にリンモリブデン酸試液を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールと等しい R_f 値に青色～紫色のスポットを認める。

(4) 本品 0.025g に水 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、水を加えて 100mL

とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 291～295nm に吸収の極大を示す。

融 点 92～97℃ (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g にエタノール (95) 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色、淡褐色又は淡紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.50g をとり、試験を行うとき、その限度は、40ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールと等しい R_f 値に単一の青色～紫色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

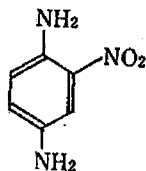
強熱残分 0.3%以下 (第1法, 3g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水 100mL を加え、加温して溶かした後、水を加えて正確に 200mL とする。この液 20mL を正確にヨウ素瓶にとり、0.05mol/L 臭素液 25mL を正確に加えた後、塩酸 5 mL を加え、密栓して遮光し、30 分間時々振り混ぜて放置する。次に、ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20mL を加えて振り混ぜた後、クロロホルム 1 mL を加えてよく振り混ぜ、遊離したヨウ素を 0.1mol/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。

0.05mol/L 臭素液 1 mL = 2.403mg $C_{10}H_8O$

ニトロパラフェニレンジアミン

Nitro-*p*-phenylenediamine



$C_6H_7N_3O_2$:153.14

本品を乾燥したものは、定量するとき、ニトロパラフェニレンジアミン ($C_6H_7N_3O_2$) 92.0% 以上を含む。

性状 本品は、赤褐色～黒褐色、又は帯緑黒褐色の粉末、結晶又は粒である。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水 100mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加え、加温するとき、液は、赤褐色～黒褐色を呈し、混濁する。

(2) 本品 1g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL にフルフール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、帯赤黄色を呈し、混濁する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する R_f 値 0.7 付近に帯赤黄色～黄褐色のスポットを認める。

(4) 本品 0.1g に水 100mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、その 1 mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238～242nm に吸収の極大を示す。

融点 130～140°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にエタノール (95) 20mL を加えて溶かすとき、液は、赤色～暗赤褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.40g をとり、試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する、更に

時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する R_f 値 0.7 付近に単一の帯赤黄色～黄褐色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

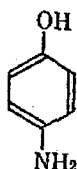
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.09g を精密に量り、粒状の亜鉛 2g, 水 15 mL 及び塩酸 15 mL を加え、注意しながら蒸発乾固する。冷後、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 5.105 mg $C_6H_7N_3O_2$

パラアミノフェノール

p-Aminophenol



C_6H_7NO :109.13

本品を乾燥したものは、定量するとき、パラアミノフェノール (C_6H_7NO) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡灰色あるいは紫褐色～淡紫色の結晶性の粉末、又は淡褐色あるいは淡紫色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→2000) 10 mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、褐色～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→2000) 5 mL にペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 2 mL を加えるとき、液は、暗緑色を呈する。

(3) 本品 0.1g にリンタングステン酸溶液 (1→100) 2 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は、赤紫色～青紫色を呈する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノールのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1 mL ずつを加えて溶かした

後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル／アセトン／2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 \rightarrow 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノールと等しい *R_f* 値に黄色のスポットを認める。

(5) 本品 0.025g に水 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 295 ~ 299nm に吸収の極大を示す。

融 点 180~188°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 20mL を加えて溶かすとき、液は、無色~淡褐色を呈し、ほとんど透明である。

(2) 鉄 本品 0.40g をとり、試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (4) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノールと等しい *R_f* 値に単一の黄色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 5.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

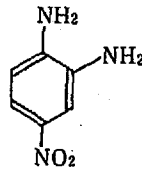
強熱残分 2.5%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.19g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 10.91mg C_6H_7NO

パラニトロオルトフェニレンジアミン

p-Nitro-*o*-phenylenediamine



$C_6H_7N_3O_2$:153.14

本品を乾燥したものは、定量するとき、パラニトロオルトフェニレンジアミン ($C_6H_7N_3O_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、赤褐色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、黄赤色を呈する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 \rightarrow 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する R_f 値 0.7 付近に帯赤黄色～黄色のスポットを認める。

(3) 本品 0.1g に水 100mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、その 1 mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266～270nm に吸収の極大を示す。

融点 198～206 $^{\circ}$ C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希エタノール 20mL を加え、加温して溶かすとき、液は、だいたい色～赤色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.40g をとり、試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、

シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する R_f 値 0.7 付近に単一の帯赤黄色～黄色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 2.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

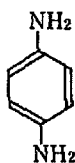
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.09g を精密に量り、粒状の亜鉛 2g、水 15mL 及び塩酸 15mL を加え、注意しながら蒸発乾固する。冷後、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 5.105mg $C_6H_7N_3O_2$

パラフェニレンジアミン

p-Phenylenediamine



$C_6H_8N_2$:108.14

本品を乾燥したものは、定量するとき、パラフェニレンジアミン ($C_6H_8N_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色～淡紫色又は帯紫褐色の結晶性の粉末、小片又は固体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、黒紫褐色を呈し、混濁する。これを加熱するとき、液は、銀が析出する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL にペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は、青色を呈する。

(3) 本品 0.1g に希酢酸 10mL を加えて溶かす。この液 1 mL に薄めたアニリン (1→250) 1 mL を加え、更にペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.2g を加えるとき、液は、青色を呈する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かし、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶

液とする。試料溶液及び標準溶液 $1\ \mu\text{L}$ ずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25:5:4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミンと等しい *R_f* 値に帯黄赤色のスポットを認める。

(5) 本品 0.025g に水 100mL を加えて溶かし、その 1mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235~239nm に吸収の極大を示す。

融 点 136~144°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 60mL を加えて溶かすとき、液は、無色~微赤色を呈し、澄明である。

(2) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (4) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミンと等しい *R_f* 値に単一の帯黄赤色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.2%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)

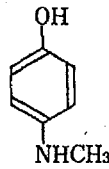
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.10g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 5.407mg $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2$

パラメチルアミノフェノール

p-Methylaminophenol



C₇H₉NO:123.15

本品を乾燥したものは、定量するとき、パラメチルアミノフェノール (C₇H₉NO) 95.0% 以上を含む。

性 状 本品は、白色～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→2000) 10mL に希塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用硫酸パラメチルアミノフェノールのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用硫酸パラメチルアミノフェノールと等しい *R_f* 値に黄色のスポットを認める。

(3) 本品 5 mg にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 1 mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238～242nm 及び 307～311nm に吸収の極大を示す。

融 点 83～90°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色澄明である。

(2) 鉄 本品 0.40g をとり、試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL を及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第4法により試験を行うとき、その限度は、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、

シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL として、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

乾燥減量 5.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

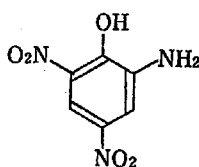
強熱残分 5.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 12.32mg C_7H_9NO

ピクラミン酸

Picramic Acid



$C_6H_5N_3O_5$:199.12

本品を乾燥したものは、定量するとき、ピクラミン酸 ($C_6H_5N_3O_5$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、黄褐色～赤褐色の粉末、結晶又はペースト状の物質である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に希塩酸 1 mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。また、本品の水溶液 (1→1000) 10mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は、赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に硫酸銅・アンモニア試液 2 mL を加えるとき、液は、暗褐色を呈する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25 : 5 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.75 付近に赤褐色のスポットを認める。

(4) 本品 0.025g に水 100mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、その 10mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定す

るとき、波長 224~228nm 及び 298~302nm に吸収の極大を示す。

融 点 169~172°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g にアセトン 20mL を加えて溶かすとき、液は、黄褐色~暗赤褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.10g をとり、硫酸 5 滴を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、更に硫酸で潤し、完全に灰化する。冷後、残留物に塩酸 0.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希塩酸 3 滴を加えて加温し、水を加えて溶かし正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、0.1% 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(3) 鉛 本品 1.0g をとり、第1法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、5 ppm 以下である。ただし、残留物に少量の薄めた硝酸 (1→150) を加えて溶かし、更に薄めた硝酸 (1→150) を加えて 5 mL とし、これを試料溶液とする。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.75 付近に単一の赤褐色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 35.0% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

強熱残分 1.0% 以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g を精密に量り、粒状の亜鉛 2g, 水 15mL 及び塩酸 15mL を加え、注意しながら蒸発乾固する。冷後、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 6.637mg $C_6H_5N_3O_5$

ピクラミン酸ナトリウム

Sodium Picramate

$C_6H_4N_3NaO_5$:221.10

本品を乾燥したものは、定量するとき、ピクラミン酸ナトリウム ($C_6H_4N_3NaO_5$) 86.0% 以上を含む。

性 状 本品は、暗赤褐色~赤紫色の湿りけのある粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液

は、黒褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液 2 mL を加えて、ガラス棒で試験管の内壁をこするとき、帯赤黄色～黄色の結晶性の沈殿を生じる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25 : 5 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.75 付近にだいたい色のスポットを認める。

(4) 本品 0.02g に水 100mL を加えて溶かし、その 5 mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227～231nm 及び 310～314nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に水 200mL を加えて溶かすとき、液は、赤色を呈し、澄明である。

(2) エーテル可溶物 本品約 1g を精密に量り、ジエチルエーテル 50mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間煮沸する。温時、これをガラスろ過器 (G3) を用いて質量既知のフラスコにろ過する。残留物をジエチルエーテル 20mL で洗い、洗液及びろ液を合わせて水浴上で留去した後、105°C で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、5.0% 以下である。

(3) 鉄 本品 0.50g をとり、硫酸 5 滴を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、更に硫酸で潤し、完全に灰化する。冷後、残留物に塩酸 0.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希塩酸 3 滴を加えて加温し、水を加えて溶かし正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、0.02% 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(4) 鉛 本品 0.50g をとり、第 1 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。ただし、残留物に少量の薄めた硝酸 (1→150) を加えて溶かし、更に薄めた硝酸 (1→150) を加えて 5 mL とし、これを試料溶液とする。

(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

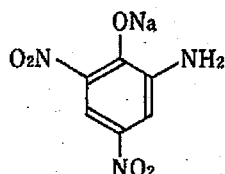
(6) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.75 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 40.0%以下 (2g, 60°C, 恒量)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.13g を精密に量り, 粒状の亜鉛 2g, 水 15mL 及び塩酸 15mL を加え, 注意しながら蒸発乾固する. 冷後, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う.

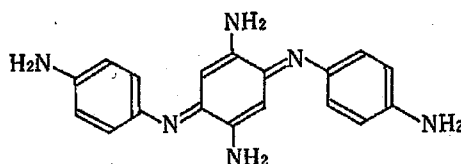
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 7.370mg $C_6H_4N_3NaO_5$

(参考)



N,N'-ビス (4-アミノフェニル) -2,5-ジアミノ-1,4-キノンジイミン

*N,N'*Bis (4-aminophenyl) -2,5-diamino-1,4-quinonediimine



$C_{18}H_{18}N_6$:318.38

本品は, パラフェニレンジアミンの酸化縮合物である. 本品を乾燥したものは, 定量するとき, N,N'-ビス (4-アミノフェニル) -2,5-ジアミノ-1,4-キノンジイミン ($C_{18}H_{18}N_6$) 97.0%以上を含む.

性状 本品は, 暗赤褐色~黒褐色の粉末である.

確認試験 (1) 本品 0.02g を試験管にとり, ギ酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 0.05g を加え, 更に水 4 滴を加えてよくかき混ぜた後, 水浴上で蒸発乾固する. 次いでアニリン試液 (2) 1 滴を付けたろ紙を試験管口にのせ, 210~230°C の砂浴中で加熱するとき, ろ紙の色は, 紫色を帯びた淡青色~濃青色を呈する.

(2) 本品 5 mg にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし, その 10mL をとり, エタノール (95) を加えて 100mL とする. この液につき, 吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 246~250nm 及び 336~340nm に吸収の極大を示す.

純度試験 (1) 溶状 本品 0.01g に希塩酸 100mL を加えて加熱して溶かすとき, 液は, 赤紫色~黒紫色を呈し, 澄明である.

(2) 液性 本品 0.02g にアセトン 20mL を加えて溶かし, 更に水 20mL を加えるとき,

液は、微アルカリ性である。

(3) パラフェニレンジアミン 本品 0.10g に希酢酸 10mL を加えて溶かす。この液 1 mL に薄めたアニリン (1→250) 1 mL を加え、更にペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.2g を加えるとき、液は、青色を呈しない。

(4) 鉄 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

(5) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(6) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

乾燥減量 4.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

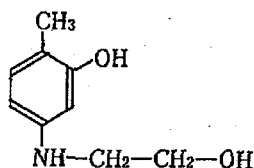
強熱残分 1.0%以下 (第 2 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL=5.306mg $C_{18}H_{18}N_6$

5- (2-ヒドロキシエチルアミノ) -2-メチルフェノール

5- (2-Hydroxyethylamino) -2-methylphenol



$C_9H_{13}NO_2$:167.21

本品を乾燥したものは、定量するとき、5- (2-ヒドロキシエチルアミノ) -2-メチ

ルフェノール ($C_9H_{13}NO_2$) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、褐色の粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→1000) に希塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、淡黄色を呈する。

(2) 本品 30mg にエタノール (95) を加えて溶かし、100mL とする。この液 1 mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 205~209nm, 240~244nm 及び 293~297nm に吸収の極大を示す。

融点 86~92°C (第 1 法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にエタノール (95) 10mL を加えて溶かすとき、液は、淡褐色で澄明である。

(2) 鉄 本品 0.10g をとり、試験を行うとき、その限度は、0.02% 以下である。ただし、比較液には鉄標準液 2.0mL をとる。

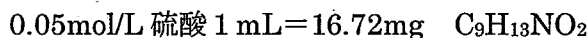
(3) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g に硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々硝酸 2~3 mL ずつを追加して液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

乾燥減量 1% 以下 (1g, 105°C, 2 時間)

強熱残分 2% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



2-ヒドロキシ-5-ニトロ-2',4'-ジアミノアゾベンゼン-5'-スルホン酸 ナトリウム

Sodium 2-Hydroxy-5-nitro-2',4'-diaminoazobenzene-5'-sulfonate

$C_{12}H_{10}N_5NaO_6S$:375.29

本品を乾燥したものは、定量するとき、2-ヒドロキシ-5-ニトロ-2',4'-ジアミノアゾベンゼン-5'-スルホン酸ナトリウム ($C_{12}H_{10}N_5NaO_6S$) 40.0%以上を含む。

性状 本品は、黄褐色~褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 2 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は、暗赤色を呈し、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩酸 1 mL を加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 2 mL に水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は、だいたい色～赤色を呈する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01 g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1 g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25 : 5 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する *R_s* 値 0.5 付近にだいたい色のスポットを認める。

(5) 本品 0.02 g に水 100 mL を加えて溶かし、その 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 218～222 nm、252～256 nm 及び 285～289 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10 g に水 100 mL を加えて溶かすとき、液は、帯黄赤色～赤褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) エーテル可溶物 本品約 1 g を精密に量り、ジエチルエーテル 50 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間煮沸する。温時、これをガラスろ過器 (G 3) を用いて質量既知のフラスコにろ過する。残留物をジエチルエーテル 20 mL で洗い、洗液及びろ液を合わせて水浴上で留去した後、105°C で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、2.0% 以下である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、30 ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0 mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(5) 塩化物 本品約 0.5 g を精密に量り、水約 300 mL を加えて溶かし、更に活性炭 2.5 g を加えて振り混ぜた後、3 分間静かに煮沸し、放冷する。冷後、薄めた硝酸 (1→2) 1 mL を加えて振り混ぜた後、乾燥したろ紙でろ過する。残留物を薄めた硝酸 (1→1000) 50 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に 500 mL とし、これを試料溶液とする。試料溶液 50 mL を正確にとり、薄めた硝酸 (1→2) 2 mL を加える。0.1 mol/L 硝酸銀液 10 mL を正確に加え、ジエチルエーテル 5 mL を加えて振り混ぜた後、硫酸アンモ