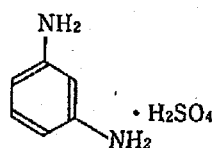


## 硫酸メタフェニレンジアミン

### *m*-Phenylenediamine Sulfate



$C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$ :206.22

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸メタフェニレンジアミン ( $C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$ ) 90.0%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→100) 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えて加熱するとき、液は、淡紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴を加えるとき、液は、赤褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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 0.01g 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  $\mu$ 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塩酸メタフェニレンジアミンと等しい *R<sub>F</sub>* 値に帯赤黄色～黄色のスポットを認める。

(5) 本品 0.02g 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 233～237 nm 及び 283～287 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 1 mL を加えて溶かすとき、液は、わずかにだいたい色を呈し、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 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、1.0% 以下である。

(3) 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。

(4) 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。

(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 (4) 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と等しい  $R_f$  値に単一の帯赤黄色～黄色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.2%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 0.18g 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 = 10.31mg  $C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$

## 試薬・試液

### 亜鉛粉末(85) Zn

灰色の微細な粉末である。

窒素化合物 (Nとして) 0.025%以下

含量 85.0%以上。

定量法 本品約0.1gを精密に量り、溶存酸素を含まない水50mLを加え、約30秒間かき混ぜる。これに溶存酸素を含まない硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物溶液(1→5)25mLを徐々に加え、栓をして完全に溶けるまでかき混ぜる。これに、薄めた硫酸(1→10)50mL及び薄めたリン酸(1→2)10mLを加え、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1mL=3.270mg Zn

亜鉛末 亜鉛粉末(85)を見よ。

### アニリン試液(2)

アニリン0.3mLに薄めた酢酸(31)(1→10)50mLを加えた後、ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液(1→50)の等容量を混合して調製する。

亜硫酸 亜硫酸水を見よ。

### 亜硫酸水 H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>

無色透明の液で、刺激臭がある。密度：約1.03g/mL

含量(SO<sub>2</sub>として)5.0%以上。定量法 ヨウ素瓶に0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に量り、更に水10mLを加え、その質量を精密に量る。これに本品1mLを加えて再び精密に量り、過量のヨウ素を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1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/Lヨウ素液1mL=3.203mg SO<sub>2</sub>

アンモニア水(28) NH<sub>3</sub> [K 8085, 特級]

エタノール(95) C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH [K 8102, 特級]

エタノール(99.5) C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH [K 8101, 特級]

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O [K 8107, 特級]

エデト酸二ナトリウム エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物を見よ。

### 塩化鉄(Ⅲ)試液

塩化鉄(Ⅲ)六水和物9gを水に溶かし、100mLとする(0.33mol/L)。

### 塩化鉄(Ⅲ)試液, 希

塩化鉄(Ⅲ)試液2mLに水を加えて100mLとする。用時製する。

塩化鉄(Ⅲ)六水和物 FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O [K 8142, 特級]

塩化マグネシウム 塩化マグネシウム六水和物を見よ。

塩化マグネシウム六水和物 MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O [K 8159, 特級]

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  [K8201, 塩化ヒドロキシルアンモニウム, 特級]

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム試液

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム 20g に水を加えて溶かし, 100mL とする.

塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

白色～淡赤色の結晶性の粉末である.

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し, その約 0.16g 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 = 9.053mg  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

過塩素酸 (60%)  $\text{HClO}_4$  [K8223, 過塩素酸, 特級, 濃度 60.0 ~ 62.0%]

2 mol/L 過塩素酸試液

過塩素酸 (60%) 100mL に水を加えて 460mL とする.

過酸化水素(30)  $\text{H}_2\text{O}_2$  [K 8230, 特級, 濃度 30.0~35.5%]

カテコール, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

白色～淡紫灰色の結晶である.

融点 104~107°C

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 100mL とする.

この液 20mL をとり, カテコール用酢酸鉛試液 30mL 及び水 50mL を加えて加熱する. 冷後, 水を加えて 200mL とし, ろ過する. 初めのろ液 20mL を除き, 次のろ液 100mL をとり, 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 3 滴). ただし, 滴定の終点は, 液の赤紫色が黄色に変わる点とする. 同様の方法で空試験を行う.

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 5.506mg  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

カテコール用酢酸鉛試液 酢酸鉛試液, カテコール用を見よ.

希塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 試液, 希を見よ.

ギ酸ナトリウム  $\text{HCOONa}$  [K 8267, 特級]

ギ酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液.

ギ酸ナトリウム溶液 (1→5) 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) の等容量混液を水浴上で蒸発乾固して調製する.

強酸性陽イオン交換樹脂

基準型 (H 型) の粒状のものを用いる.

クエン酸一水和物  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [K 8283, 特級]

酢酸 (100)  $\text{CH}_3\text{COOH}$  [K 8355, 特級]

酢酸 (31) 酢酸 (100) 31.0g に水を加えて 100mL とする (5mol/L).

酢酸ナトリウム三水和物  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8371, 特級]

酢酸鉛 (II) 三水和物  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8374, 特級]

酢酸鉛試液, カテコール用

酢酸鉛(II)三水和物 4.2g 及び酢酸ナトリウム三水和物 7g に, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし, 100mL とする. 密栓して保存する.

酸化ランタン(III)  $\text{La}_2\text{O}_3$

白色の結晶である.

強熱減量 0.5%以下 (1g, 1000°C, 1時間)

ジエチルエーテル  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$  [K 8103, 特級]

2,4-ジニトロフェノール  $\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2$

黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 110~114°C

ジフェニルアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}$  [K 8487, 特級]

炭酸ナトリウム十水和物  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [K 8624, 特級]

チオグリコール酸 メルカプト酢酸を見よ.

チモールブルー・N, N-ジメチルホルムアミド試液

チモールブルー 0.1g を N, N-ジメチルホルムアミド 100mL に溶かす.

デキストリン デキストリン水和物 を見よ.

デキストリン水和物 [K 8646, 特級]

テトラヒドロキシキノン二ナトリウム  $\text{C}_6\text{H}_2\text{O}_6\text{Na}_2$

暗緑色~黒色の結晶又は粉末である.

テトラヒドロキシキノン二ナトリウム・塩化カリウム混合試薬

テトラヒドロキシキノン二ナトリウム 1g に, 105°C で 4 時間乾燥し, デシケーター中で放冷した塩化カリウム 300g を加え, よくすり混ぜ, 遮光した気密容器に保存する.

トランス-1,2 シクロヘキサンジアミン- N,N, N',N'-四酢酸一水和物

$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{N}_2(\text{CH}_2\text{COOH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

白色の粉末である.

$\alpha$ -ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用  
を見よ.

1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}$  [K 8698, 特級]

1, 2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム  $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{O}_2\text{SO}_3\text{K}$

黄赤色の結晶又は結晶性の粉末である.

ニトロプルシッドナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄(III) 酸ナトリウム試液 を見よ.

4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート  $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{BF}_4$

淡黄白色の粉末で, においはほとんどない. 希塩酸に溶けやすく, 水に溶けにくく, エタノール (95) 又はクロロホルムに極めて溶けにくい.

融点: 約 148°C (分解).

確認試験 本品の水溶液 (1→1000) 10mL にフェノール溶液 (1→1000) 1mL 及び水酸化ナトリウム試液 1mL を加えるとき, 液は赤色を呈する.

乾燥減量 1.0%以下 (1g, シリカゲル, 2時間).

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 塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用カテコール カテコール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミン ジフェニルアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用 $\alpha$ -ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用1-ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノール パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリン パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミン パラフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ヒドロキノン ヒドロキノン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ピロガロール ピロガロール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用フロログルシン フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用メタアミノフェノール メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

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 硫酸パラメチルアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

パラアミノフェノール 2g に水 100mL を加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約 5 時間放置する. 析出した結晶をろ取り, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥する.

白色~淡褐色の結晶である.

融点 185~188°C (第 1 法)

含量 98.0%以上.

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  $C_6H_7NO$

パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6N_2O_2$

パラニトロアニリン 10g にエタノール (95) 100mL を加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約 5 時間放置する. 析出した結晶をろ取り, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で 2 時間乾燥する.

黄色の結晶である。

融点 147~150°C (第1法)

含量 99.0%以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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=6.907mg  $C_6H_6N_2O_2$

パラフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_8N_2$

白色~淡紫色の結晶である。

融点 140~143°C (第1法)

pH5.3 の酢酸塩緩衝液

塩化アンモニウム 16g, 酢酸アンモニウム 23g 及びトランス-1,2 シクロヘキサンジアミン-N,N, N',N'-四酢酸一水和物 0.4g を水に分散して約 80mL とする。この液をかき混ぜながら加温して溶かし, 酢酸 (100) を加えて pH5.3 に調整した後, 水を加えて 100mL とする。

pH5.2 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸ナトリウム 100g に水 200mL を加えて溶かし, これに酢酸 (100) 約 11mL を加えてよく混和した後, 酢酸ナトリウム又は酢酸 (100) を加え, pH5.2 に調整した後, 水を加えて 1000mL とする。

ヒドロキノン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_4(OH)_2$  [K 8738, 特級]

ピロガロール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_3(OH)_3$  [K 8780, 特級]

1,10-フェナントロリン一水和物  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  [K 8789, 特級]

1,10-フェナントロリン試液 (2)

1,10-フェナントロリン一水和物 0.3g に熱湯を加えて溶かし 100mL とする。

フタル酸水素カリウム  $C_6H_4(COOK)(COOH)$  [K 8809, 特級]

フッ素標準原液

フッ化ナトリウム容量分析用標準試薬 (JIS K 8005) を 150°C で 4 時間乾燥し, その 0.221g を正確に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 1000mL とする。プラスチック製容器で保存する。この液 1 mL は, フッ素 (F) 0.1mg を含む。

フルオレセイン  $C_{20}H_{12}O_5$

帯黄赤色の粉末である。

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  $1597\text{cm}^{-1}$ ,  $1466\text{cm}^{-1}$ ,  $1389\text{cm}^{-1}$ ,  $1317\text{cm}^{-1}$ ,  $1264\text{cm}^{-1}$ ,  $1247\text{cm}^{-1}$ ,  $1213\text{cm}^{-1}$ ,  $1114\text{cm}^{-1}$  及び  $849\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

フルフラール・酢酸試液

フルフラール 100mL に酢酸 (100) 2.5mL を加え, 遮光した容器に密栓して保存する。

2-プロパノール  $(CH_3)_2CHOH$  [K 8839, 特級]

ブロモクレゾールグリーン  $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$  [K 8840, 特級]

ブロモクレゾールグリーン試液

ブロモクレゾールグリーン 0.05g をエタノール (95) 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

ブロモフェノールブルー  $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$  [K 8844, 特級]

ブロモフェノールブルー試液

ブロモフェノールブルー 0.1g を希エタノール 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6O_3 \cdot 2H_2O$

白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 217～219°C (第1法) ただし、105°C で1時間乾燥したものをを用いる。

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム  $K_3Fe(CN)_6$  [K 8801, 特級]

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 1g を水に溶かし、10mL とする。用時製する (0.3mol/L)。

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム  $K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$

白色の粒又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品 1g に水 100mL を加え、加温して溶かした液 20mL に、塩化ナトリウム試液 0.2mL を加えるとき、白い結晶性の沈殿を生じる。なお、沈殿生成を促すため、ガラス棒で試験管の内壁をこする。

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム 2g に水 100mL を加え、約5分間煮沸した後、速やかに冷却する。この液に水酸化カリウム溶液 (3→20) 10mL を加え、1日放置した後、ろ過する。

ヘキサミン ヘキサメチレンテトラミンを見よ。

ヘキサメチレンテトラミン  $(CH_2)_6N_4$  [K 8847, 特級]

ペルオキシ二硫酸アンモニウム  $(NH_4)_2S_2O_8$  [K 8252, 特級]

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 1g に炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 100mL を加えて溶かし、これに波長約 254nm の紫外線を 15 分間照射する。

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物  $Na_2[Fe(CN)_5(NO)] \cdot 2H_2O$  [K 8722, 特級]

マグネシア試液 塩化マグネシウム六水和物 5.5g 及び塩化アンモニウム 7g を水 65mL に溶かし、アンモニア試液 35mL を加え、瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する。液が澄明でないときは使用前にろ過する。

メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

メタアミノフェノール 2g にトルエン 100mL を加え、加温して溶かした後、温時ろ過し、ろ液を室温に約5時間放置する。析出した結晶をろ取し、風乾した後、デシケーター (減圧, シリカゲル) で2時間乾燥する。

淡白色の結晶である。

融点 122～125°C (第1法)



含量 99.0%以上.

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  $C_6H_7NO$

メルカプト酢酸  $HSCH_2COOH$  [K 8630, 特級] アンプルに入れ、冷暗所に保存する。  
ランタン・アリザリンコンプレキソン試液

酸化ランタン (III) 0.3g を硝酸 0.4mL に加えて溶かす。この液にアリザリンコンプレキソン 0.7g を加えて混ぜる。これに水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 1 mL を加えて溶かす。この液にヘキサミン 16g とフタル酸水素カリウム 23g の混合物を加えて混ぜた後、乾燥し、粉碎する。この混合物 2g をとり水を加えて 100mL とする。

参考 市販のアルフッソン (商品名) を用いる場合は、その 2.5 g を水に溶かして 100mL とする。使用時に調製する。この情報は、この規格の利用者の利便を図って記載するもので、この製品を推奨するものではない。

硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物  $FeSO_4(NH_4)_2 \cdot 6H_2O$  [K 8979, 特級]

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液

硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 8g を水に溶かし、100mL とする。

硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物  $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  [K 8982, 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水, 特級]

硫酸第一鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物を見よ。

硫酸鉄 (II) 七水和物  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  [K 8978, 特級]

硫酸銅・アンモニア試液

硫酸銅 (II) 五水和物 0.4g にクエン酸一水和物溶液 (1→5) / アンモニア試液混液 (3:2) 50mL を加えて溶かす。

硫酸銅 (II) 五水和物  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  [K 8983, 特級]

硫酸パラメチルアミノフェノール、薄層クロマトグラフィ用  $(C_7H_9NO)_2 \cdot H_2SO_4$

白色～淡灰白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し、その約 0.31g 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=17.22mg  $(C_7H_9NO)_2 \cdot H_2SO_4$

硫酸マンガン 硫酸マンガン (II) 五水和物 を見よ。

硫酸マンガン (II) 五水和物  $MnSO_4 \cdot 5H_2O$  [K 8997, 特級]

硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物  $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 2H_2O$  [K 8977, 特級]

リンモリブデン酸 リンモリブデン酸 n 水和物 を見よ。

リンモリブデン酸試液

リンモリブデン酸 n 水和物 1g に水 10mL を加えて溶かし、更にエタノール (95) を加えて 100mL とする。

リンモリブデン酸 n 水和物  $P_2O_5 \cdot 24MoO_3 \cdot nH_2O$

黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1→10) 10mL に、アンモニア試液 0.5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液 2mL を加えるとき、沈殿は溶ける。更に硝酸 (1→2) 5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5mL に、アンモニア試液 1mL 及びマグネシア試液 1mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

## 容量分析用標準液

### 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O:372.24$ ) 18.612g を含む。

調製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 19g を水に溶かし、1000mL とし、次の標定を行う。

標定 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で5分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.8g を精密に量り、希塩酸 12mL 及び臭素試液 5 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200mL とする。この液 20mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) を加えて中性とし、pH10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定し、ファクターを計算する。

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 3.271mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

### 0.05mol/L エデト酸二ナトリウム液

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 を見よ。

### 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液

1000mL 中にナトリウムメトキシド ( $CH_3ONa:54.02$ ) 5.402g を含む。

調製 金属ナトリウムの新しい切片 2.5g を氷冷したメタノール 150mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、メタノールを加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) 中で 24 時間乾燥し、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、チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。同様の方法で空試験を行って補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 12.212mg  $C_6H_5COOH$

注意 湿気を避けて、冷暗所に保存する。標定は用時行う。

### 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液

1000mL 中硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 [ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ :392.14] 39.214g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40g を硫酸 30mL 及び水 300mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 25mL を正確に量り、水 25mL 及びリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定し、ファクターを計算する。

注意：用時調製する。

#### 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液

1000mL 中硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 [ $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ :632.55] 63.26g を含む。

調製 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 64g を 0.5mol/L 硫酸に溶かし、1000mL とし、24 時間放置した後、必要ならばガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 25mL をヨウ素瓶に正確に量り、水 20mL 及び希硫酸 20mL を加え、次にヨウ化カリウム 1g を加えて溶かし、直ちに 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

[別記Ⅱ]

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部アセチルシステインの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部アミノエチルアミノプロピルシロキサン・ジメチルシロキサン共重合体エマルションの条基原, 成分の含量規定又は表示規定の項を次のように改める。

アミノエチルアミノプロピルシロキサン・ジメチルシロキサン

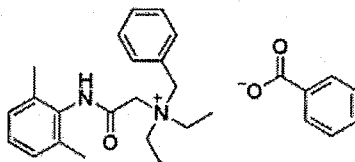
共重合体エマルション

本品は, ジメチルシロキサンとγ-(β-アミノエチル)アミノプロピルシロキサンの共重合体のエマルションで, 「塩化ステアリルトリメチルアンモニウム」, 「塩化ジコイルジメチルアンモニウム」, 「塩化セチルトリメチルアンモニウム」, 「ポリオキシエチレンセチルエーテル」及び「ポリオキシエチレントリデシルエーテル」の中から選ばれた2種以上を含む。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部安息香酸アルミニウムの条の次に次の二条を加える。

安息香酸デナトニウム

Denatonium Benzoate



$C_{28}H_{34}N_2O_3$  : 446.58

本品を乾燥したものは, 定量するとき, 安息香酸デナトニウム( $C_{28}H_{34}N_2O_3$ )99.5~101.0%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  $3020\text{cm}^{-1}$ ,  $1680\text{cm}^{-1}$ ,  $1605\text{cm}^{-1}$ ,  $1565\text{cm}^{-1}$ ,  $1375\text{cm}^{-1}$  及び  $720\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品のエタノール(95)溶液(1→5000)につき、吸光度測定法により試験を行うとき、波長 261~265nm に吸収の極大を認める。

pH 本品 1.5g をとり、新たに煮沸し冷却した水を加えて 50mL とした液の pH は、6.5~7.5 である。

純度試験 (1) 塩化物 本品 0.35g をとり、水 9mL を加えて溶かし、更に硝酸 1mL を加え、ろ過し、これを試料溶液とする。試料溶液 1mL をとり、試験を行うとき、その限度は、0.2%以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.2mL をとる。

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第 5 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。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)

強熱残分 0.1%以下(第 3 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.9g を精密に量り、酢酸(100)50mL を加えて溶かし、クリスタルバイオレット・酢酸(100)試液 1 滴を加えて、0.1mol/L 過塩素酸で液が緑色になるまで滴定する。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL=44.66mg  $C_{28}H_{34}N_2O_3$

## 安息香酸デナトニウム変性アルコール

### Denatonium Benzoate Denatured Alcohol

本品は、「エタノール」に「安息香酸デナトニウム」を加え、変性させたものである。

性状 本品は、無色の液で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 3 滴に硫酸 1mL 及びニクロム酸カリウム試液 3 滴を加え、穏やかに振り混ぜるとき、液は、緑色となり、アルデヒドようのにおいを発生する。

(2) 本品 1 mL に酢酸(100)1mL 及び硫酸 3 滴を加えて加熱するとき、酢酸エチルようのにおいを発生する。

(3) 本品 100g をとり、減圧下で蒸発乾固する。残留物にエタノール(95)5mL を加えて溶かす。この液につき、吸光度測定法により測定するとき、波長 261~265nm に吸収の極大を認める。

比重  $d_{15}^{15}$  : 0.814~0.816 (第 1 法)

純度試験 (1) 酸又はアルカリ 本品 20mL に新たに煮沸し冷却した水 20mL 及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液の色は、変化しない。これに 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10mL を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(2) 塩化物 本品 10mL に硝酸銀試液 2 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は、

変化しない。

(3) 重金属 本品 30mL に希酢酸 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、1.2ppm である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL をとる。

(4) メタノール メタノール試験法の第 1 法により試験を行うとき、これに適合する。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部アンバーの条の次に次の一条を加える。

## イオウ

### Sulfur

S : 32.07

本品を乾燥したものは、定量するとき、イオウ(S) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、淡黄色～黄色の粉末である。

確認試験 本品は、点火するとき、青色の炎をあげ、二酸化イオウの刺激性のにおいを発生する。

純度試験 (1) 液性 本品 2.0g に水 10mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液は、中性である。

(2) ヒ素 本品 0.20g 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 10ppm 以下である。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 減圧 0.67kPa 以下, シリカゲル, 4 時間)

強熱残分 0.3%以下 (第 1 法, 1 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水酸化カリウム・エタノール試液 20mL 及び水 10mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 25mL を正確にとり、過酸化水素試液 50mL を加え、水浴上で 1 時間加熱する。次に希塩酸を加えて酸性とし、水 200mL を加え、沸騰するまで加熱し、熱塩化バリウム試液を滴加し、沈殿が生じなくなったとき、水浴上で 1 時間加熱する。沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い、乾燥し、恒量になるまで強熱し、質量を量り、硫酸バリウム(BaSO<sub>4</sub>:233.39)の量とする。同様の方法で空試験を行い補正する。

$$\text{イオウ(S)の量(mg)} = \text{硫酸バリウム(BaSO}_4\text{)の量(mg)} \times 0.13739$$

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部エタノールアミンの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部黄酸化鉄の条純度試験の項(1)の目を次のように改める。

## 黄酸化鉄

純度試験(1)鉛 本品約0.5gを精密に量り、水5mL、塩酸5mL及び硝酸1mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に100mLとし、ろ過する。得られた液を試料溶液として第1法により試験を行うとき、その限度は、40ppm以下である。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部黄酸化鉄被覆雲母チタンの条の次に次の一条を加える。

## 黄土

### Yellow Ocher

本品は、天然に産し、主としてケイ酸アルミニウム及び酸化鉄水和物からなる。本品を乾燥したものは、定量するとき、三酸化鉄( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ : 159.69)として17.0%以上を含む。

性状 本品は、淡黄色～黄色の粉末である。

確認試験 本品0.1gに塩酸5mLを加えて加熱し、ろ過した液は、第二鉄塩の定性反応(1)を呈する。

純度試験(1)鉛 本品0.30gに、薄めた塩酸(1→2)30mL及び硝酸1mLを加え、加熱して溶かし、水浴上で水を揮散させて約5mLとし、水15mLを加えてろ過する。残留物を温湯5mLずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mLとする。その25mLを試料溶液として、第1法により試験を行うとき、その限度は、50ppm以下である。

(2)ヒ素 本品1.0gに水10mLを加え、水浴上で静かに加温しながら塩酸10～20mLを少量ずつ加えて溶かし、更に水浴上で加熱して濃縮する。これに水60mLを加え、かき混ぜてろ過する。残留物を水5mLずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mLとする。この液20mLを発生瓶にとり、水浴上で速やかに80℃に加熱し、塩酸ヒドロキシルアミン1gを加えた後、10分間放置し、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。ただし、アンモニアによる中和は行わない。

乾燥減量 5.0%以下(2g, 105℃, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約2gを精密に量り、塩酸30mLを加え、不溶物がほと



んど白色になるまで加熱した後、硝酸 1 mL を加えて更に 5 分間加熱する。水 200 mL を加えてろ過し、残留物を水 50 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。ろ液を加熱し、ろ紙繊維を加え、かき混ぜながらアンモニア水を加えて中和する。液を煮沸し、アンモニア臭がかすかに残ったところで、温時ろ過し、沈殿は塩化アンモニウム溶液 (1 → 50) 20 mL ずつで 3 回洗う。沈殿をろ紙とともに質量既知のろつぼに移し、最初は極めて注意しながら加熱し、ろ紙を乾燥し、次いで徐々にろ紙を炭化する。炭化が終わり煙が発生しなくなった後、450 ~ 550 °C で炭素が認められなくなるまで強熱する。更に 800 °C で 30 分間強熱し、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷した後、その質量を精密に量る。恒量になるまで繰り返して三酸化鉄 (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の量とする。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部オリブ油の条の次に次の一条を加える。

### オルトトリルビグアナイド

#### Orthotolylbiguanide

C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub> : 191.23

本品は、主としてオルトトリルビグアナイド (C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>) からなる。

性 状 本品は、白色～乳白色の粉末である。

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 3460 ~ 3370 cm<sup>-1</sup>, 1615 cm<sup>-1</sup>, 1525 cm<sup>-1</sup>, 1485 cm<sup>-1</sup>, 1375 cm<sup>-1</sup> 及び 1250 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

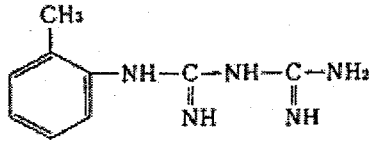
融 点 140 ~ 150 °C (第 1 法)

純度試験 (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、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。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 3 mL を加えて、穏やかに加熱する。更に、時々硝酸 2 ~ 3 mL 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、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL 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 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。

乾燥減量 1.5% 以下 (2 g, 105 °C, 3 時間)

(参考) 構造式



医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部グリチルリチン酸ジカリウムの条乾燥減量の項を削り、基原、成分の含量規定又は表示規定の項を次のように改める。

### グリチルリチン酸ジカリウム

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グリチルリチン酸ジカリウム ( $C_{42}H_{60}K_2O_{16}$ :899.11) 96.0~102.0%を含む。

同条純度試験の項の次に次の一項を加える。

水分 8.0%以下(0.1g, 逆滴定)

同条定量法の項を次のように改める。

**定量法** 本品約 0.1g を精密に量り、水を加えて正確に 1000mL とし、この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にニコチン酸アミド標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥した後、その約 0.05g を精密に量り、水を加えて正確に 1000mL とし、この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、対照液とする。試料溶液につき、波長 257nm 付近における吸収の極大波長における吸光度  $A_T$ , 対照液につき、波長 261nm 付近における吸収の極大波長における吸光度  $A_S$  をそれぞれ測定する。なお、試料の採取量を  $W_T$  (mg), ニコチン酸アミド標準品の採取量を  $W_S$  (mg), 採取した試料中の水分量  $W_W$  (mg) とするとき、次式で求める。

グリチルリチン酸ジカリウム ( $C_{42}H_{60}K_2O_{16}$ ) の量 (%)

$$= \frac{2 \times A_T}{A_S \times 1.053} \times \frac{W_S}{W_T - W_W} \times 100$$

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部黒酸化鉄の条純度試験の項(3)の目を次のように改める。

### 黒酸化鉄

純度試験(3)鉛 本品約0.5gを精密に量り、水5mL、塩酸5mL及び硝酸1mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に100mLとし、ろ過する。得られた液を試料溶液として第1法により試験を行うとき、その限度は、40ppm以下である。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部合成ゼオライトの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部L-システインの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部ステアリルアルコールの条融点の項を次のように改める。

### ステアリルアルコール

融 点 52~62℃ (第5法)

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部セタノールの条融点の項を次のように改める。

### セタノール

融 点 46~55℃ (第5法)

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部セトステアリルアルコールの条融点の項を次のように改める。

### セトステアリルアルコール

融 点 46~56°C (第5法)

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部チオ硫酸ナトリウム (無水) の条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部トリクロロヒドロキシジフェニルエーテルの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部二炭酸一水素三ナトリウムの条を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部ラウリルアルコールの条融点の項を削る。

医薬部外品原料規格各条別記Ⅱの部硫酸ナトリウム (乾燥) の条を削る。