

[別記 I]

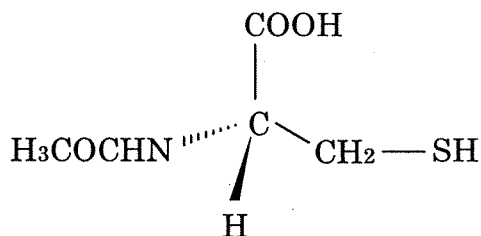
医薬部外品原料規格各条別記 I の部を次のように改める。

N-アセチル-L-システイン

N-Acetyl-L-Cysteine

アセチルシステイン

N-アセチル-L-システイン (2)



C₅H₉NO₃S:163.19

本品を乾燥したものは、定量するとき、N-アセチル-L-システイン (C₅H₉NO₃S) 98.0% 以上を含む。

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測定するとき、波数 3400cm⁻¹、2550cm⁻¹、1720cm⁻¹、1530cm⁻¹、及び 1410cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +21.0~+27.0° 本品を乾燥し、その約 2.5g を精密に量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液 (1→100) 2mL 及び水酸化ナトリウム試液 15mL を加えて溶かし、pH7.0 の 0.1mol/L リン酸塩緩衝液を加え正確に 50mL とし、これを試料溶液として、層長 100mm で測定する。

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、無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.35g をるつぼにとり、水酸化ナトリウム試液 1mL を加え、十分灰化した後、残分に水及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希硝酸を液が無色となるまで滴加し、希硝酸 10mL 及び水を加えて 50mL とし、試料溶液とする。比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.40mL をとり、希硝酸 10mL 及び水を加えて 50mL とする。試料溶液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.040% 以下である。

(3) 硫酸塩 本品 0.80g をとり、希塩酸 3mL 及び水 30mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50mL とし、試料溶液とする。比較液は 0.005mol/L 硫酸 0.50mL をとり、希塩酸 3mL 及び水を加えて 50mL とする。試料溶液が澄明でないときは、両液を同条件でろ過する。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。

(4) アンモニウム 本品 0.10g をとり、試験を行うとき、その限度は 0.020% 以下である。ただし、比較液には、アンモニウム標準液 2.0mL をとる。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、アンモニア試液で中和した後、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、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(6) 鉄 本品 2.50g をとり、希塩酸 10mL を加えて溶かし、塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 3mL を加えて水浴中で 10 分間加熱した後、冷却し、更に 1,10-フェナントロリン試液 (2) 5mL を加えて混和し、水を加えて約 70mL とし、2.4mol/L 酢酸ナトリウム試液 20mL 及び水を加えて 100mL 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。比較液は、鉄標準液 1.25mL 及び希塩酸 10mL を加え、以下試料溶液の調製法と同様に操作する。

(7) ヒ素 本品 1.0g をとり、3mol/L 塩酸試液 8mL を加え加温して溶解した後、過酸化水素(30)2mL を加え 10 分間加熱する。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 0.6%以下 (2g, 80°C, 3 時間)

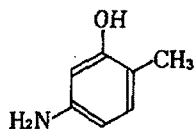
強熱残分 0.20%以下 (第 1 法, 2g)

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、水約 20mL を加えて溶かす。これにヨウ化カリウム 4g を加えて溶かした後、直ちに氷水中に入れ、希塩酸 5mL 及び 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を正確に加え、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 = 16.32mg $C_5H_9NO_3S$

5-アミノオルトクレゾール

5-Amino-*o*-cresol



C_7H_9NO :123.15

本品を乾燥したものは、定量するとき、5-アミノオルトクレゾール (C_7H_9NO) 95.0% 以上を含む。

性状 本品は、黄褐色～褐色の結晶性の粉末又は粒である。

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、黄褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、灰黄緑色を呈し、次いで黒色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5g に水 50mL を加え、水浴上で加温しながらよくかき混ぜ、冷後、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、帯赤黄色を呈し、しばらく放置するとき、赤色の沈殿を生じる。

(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 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 0.7 付近に黄色のスポットを認める。

(5) 本品 0.05g に水 250mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 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 285~289nm に吸収の極大を示す。

融 点 156~162°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、黄褐色を呈し、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ニトロアニリンに対する R_s 値 0.7 付近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 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4 時間)

強熱残分 0.5%以下 (第 1 法, 1g)

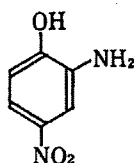
定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を

行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 12.32mg C_7H_9NO

2-アミノ-4-ニトロフェノール

2-Amino-4-nitrophenol



$C_6H_6N_2O_3$:154.12

本品を乾燥したものは、定量するとき、2-アミノ-4-ニトロフェノール ($C_6H_6N_2O_3$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～黄褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.1g に水 100mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 10mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は、赤褐色～褐色を呈する。

(2) (1) のろ液 10mL に希塩酸 1 mL を加えるとき、液は、わずかに黄色を呈する。また、(1) のろ液 10mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(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 1.0 付近に黄色のスポットを認める。

(4) 本品 0.025g に 0.1mol/L 塩酸 100mL を加えて溶かし、その 3 mL をとり、0.1mol/L 塩酸を加えて 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 222～226nm 及び 305～309nm に吸収の極大を示す。

融点 141～143°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、淡紫褐色～淡褐色を呈し、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パラニトロアニリンに対する R_f 値 1.0 付近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 1.5%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

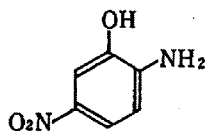
強熱残分 1.0%以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.14g 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 = 7.706mg $C_6H_6N_2O_3$

2-アミノ-5-ニトロフェノール

2-Amino-5-nitrophenol



$C_6H_6N_2O_3$:154.12

本品を乾燥したものは、定量するとき、2-アミノ-5-ニトロフェノール ($C_6H_6N_2O_3$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～黄褐色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→2500) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、だいたい色～黄褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→2500) 10mL にリンモリブデン酸溶液 (1→100) 0.5mL を加えるとき、液は、帯緑黄色～黄色を呈し、更にアンモニア水 (28) 3滴を加えるとき、液の色は、だいたい色～赤色に変わる。

(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) 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 1.0 付近にだいたい色のスポットを認める。

(4) 本品 0.025g に 0.1mol/L 塩酸 100mL を加えて溶かし、その 5mL をとり、0.1mol/L 塩酸を加えて 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 226～230nm 及び 261～265nm に吸収の極大を示す。

融 点 191～206°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、帯赤黄色～赤褐色を呈し、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。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、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 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パラニトロアニリンに対する R_s 値 1.0 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 0.5%以下 (1g, 105°C, 2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 0.14g 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=7.706mg $C_6H_6N_2O_3$

1-アミノ-4-メチルアミノアントラキノン

1-Amino-4-methylaminoanthraquinone

$C_{15}H_{12}N_2O_2$:252.27

本品を乾燥したものは、定量するとき、1-アミノ-4-メチルアミノアントラキノン ($C_{15}H_{12}N_2O_2$) 80.0%以上を含む。

性状 本品は、黒青色～黒紫色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は、黄褐色を呈する。

(2) 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 246～250nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.02g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かすとき、液は、青紫色を呈し、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、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 0.40g 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、5 ppm 以下である。

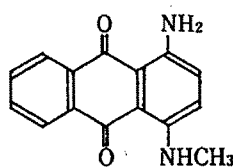
乾燥減量 1.0%以下 (1g, 105°C, 2 時間)

強熱残分 5.0%以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.23g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。

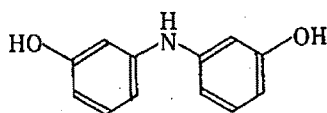
0.05mol/L 硫酸 1 mL=12.61mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

(参考)



3,3'-イミノジフェノール

3,3'-Iminodiphenol



$C_{12}H_{11}NO_2 \cdot 201.22$

本品を乾燥したものは、定量するとき、3,3'-イミノジフェノール ($C_{12}H_{11}NO_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、淡褐色～灰紫色の粉末又は粒である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は、淡褐色～黒褐色を呈する。

(2) 本品 0.01g に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は、緑色を呈し、次いで水 5 mL を加えるとき、液の色は、黄褐色に変わる。

(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_s 値 1.0 付近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) 200mL を加えて溶かし、その 2 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 278～282nm 及び 298～302nm に吸収の極大を示す。

融点 135～142°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、淡黄褐色～暗褐色を呈し、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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 3.0mL をとる。

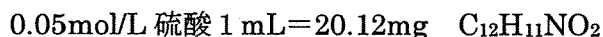
(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(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。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

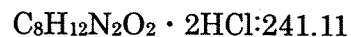
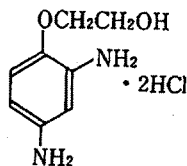
強熱残分 2.0%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.36g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



塩酸 2,4-ジアミノフェノキシエタノール

2,4-Diaminophenoxyethanol Hydrochloride



本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸 2,4-ジアミノフェノキシエタノール ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、淡灰色～淡青色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にフルフラル・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、

橙赤色を呈する。

(3) 本品 20mg 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 284～288nm 及び 236～240nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g をとり、水 10mL を加えて溶かすとき、液は、淡赤色～褐色を呈し、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

(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 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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、1% 以下である。

(3) 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。

(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) 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。

乾燥減量 1.0% 以下 (1g, 105℃, 2 時間)

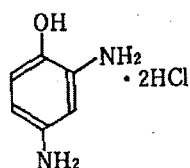
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g 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 = 12.06mg $C_8H_{12}N_2O_2 \cdot 2HCl$

塩酸 2,4-ジアミノフェノール

2,4-Diaminophenol Hydrochloride



$C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$: 197.06

本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸 2,4-ジアミノフェノール ($C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡緑色の粉末、又は灰緑色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、黄褐色を呈する。

(3) 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、白濁し、次いで赤紫色に変わり、沈殿を生じる。

(4) 本品 0.02g 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 231～235nm 及び 285～289nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は、淡赤紫色を呈し、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 (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 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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、0.3%以下である。

(3) 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。

(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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL 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。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105℃, 2時間)

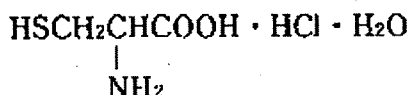
強熱残分 0.2%以下 (第 1 法, 1g)

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=9.853mg $C_6H_8N_2O \cdot 2HCl$

塩酸 DL-システイン

DL-Cysteine Hydrochloride



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}: 175.63$

本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸 DL-システイン ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S} \cdot \text{HCl}$) 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、特異なおいがある。

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

(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) 本品の水溶液 (1→50) 10mL に過酸化水素(30)1mL を加え、水浴上で 10 分間加熱した液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

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) 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。

(3) 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)4 mL 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。

(4) 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。

(5) ヒ素 (3) 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。

(6) シスチン 本品 2.0g にメタノール 15mL 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 8.5~12.0% (1g, 減圧・1.34kPa 以下, シリカゲル, 24 時間)

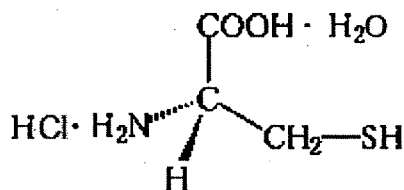
強熱残分 0.10%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25g 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 = 15.76mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

塩酸 L-システイン

L-Cysteine Hydrochloride



本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸 L-システイン ($C_3H_7NO_2S \cdot HCl$) 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、特異なおいがある。

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

(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) 本品の水溶液 (1→50) 10mL に過酸化水素(30) 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱した液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +5.5~+7.0° (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) 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。

(3) 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。

(4) 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。

(5) ヒ素 (3) 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。

(6) シスチン 本品 2.0g にメタノール 15mL 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 8.5～12.0% (1g, 減圧・1.34kPa 以下, シリカゲル, 24 時間)

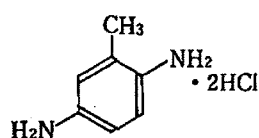
強熱残分 0.10%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25g 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 = 15.76mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

塩酸トルエン-2,5-ジアミン

Toluene-2,5-diamine Hydrochloride



$C_7H_{10}N_2 \cdot 2HCl$:195.09

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

性状 本品は、淡紫色～淡赤紫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 (1) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、

液は、帯黄赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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、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 0.9 付近に黄色～帯黄赤色のスポットを認める。

(4) 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 233～237nm 及び 284～288nm に吸収の極大を示す。

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、淡赤紫色を呈し、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 (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 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℃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) 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 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、シユ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_s 値 0.9 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 1.0% 以下 (1g, 105℃, 2 時間)

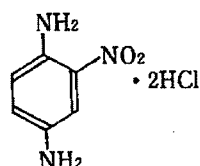
強熱残分 1.5% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.17g 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 = 9.755mg $C_7H_{10}N_2 \cdot 2HCl$

塩酸ニトロパラフェニレンジアミン

Nitro-*p*-phenylenediamine Hydrochloride



$C_6H_7N_3O_2 \cdot 2HCl$:226.06

本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸ニトロパラフェニレンジアミン ($C_6H_7N_3O_2 \cdot 2HCl$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、帯黄緑褐色～黒褐色の粉末である。

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 滴を加えるとき、帯黄白色の沈殿を生じる。

(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 → 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 0.7 付近に帯赤黄色～だいたい色のスポットを認める。

(3) 本品 0.10g 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 233～237nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希エタノール 20mL を加えて溶かすとき、液は、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 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 (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 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、2.0%以下である。

(3) 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。

(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。

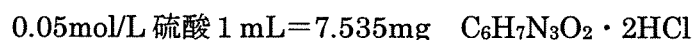
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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～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 1.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

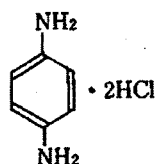
強熱残分 5.0%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.13g 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。



塩酸パラフェニレンジアミン

p-Phenylenediamine Hydrochloride



本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸パラフェニレンジアミン ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$)

95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色～淡褐色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、帯黄赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁し、淡灰色～淡紫色の沈殿を生じる。これを加熱するとき、液の色は、淡褐色に変わる。

(3) 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パラフェニレンジアミンと等しい *R_f* 値に帯黄赤色～赤色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g 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 に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 50mL 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) 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 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 (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 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℃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。

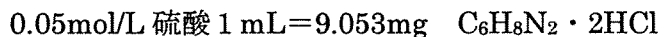
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL として、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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～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)

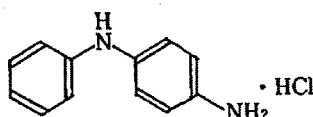
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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。



塩酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン

*N*Phenyl-*p*-phenylenediamine Hydrochloride



$\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}: 220.70$

本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、青色～灰緑色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.01g に希塩酸 10mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 5 mL に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、次いで黄色に変わる。

(2) 本品 0.5g に水 100mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 5 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(3) (2) のろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁し、次いで赤紫色～青紫色に変わる。

(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) 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パラニトロアニリンに対する R_s 値 0.8 付近に赤褐色のスポットを認める。

(5) 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 284~288nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かすとき、液は、青色を呈し、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℃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 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。

(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パラニトロアニリンに対する R_s 値 0.8 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 1.0% 以下 (1g, 105℃, 2 時間)

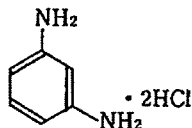
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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 = 11.04mg $C_{12}H_{12}N_2 \cdot HCl$

塩酸メタフェニレンジアミン

m-Phenylenediamine Hydrochloride



$C_6H_8N_2 \cdot 2HCl$:181.06

本品を乾燥したものは、定量するとき、塩酸メタフェニレンジアミン ($C_6H_8N_2 \cdot 2HCl$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡赤色、又は淡紫色の粉末である。

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、帯黄赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に硝酸銀試液5滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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、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_F* 値に帯赤黄色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g 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 230～234nm 及び 282～286nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は淡黄褐色～淡褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) エーテル可溶物 本品約 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 (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 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、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。

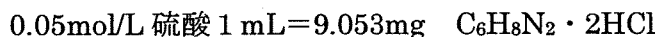
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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と等しい R_f 値に単一の帯赤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)

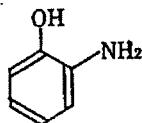
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.16g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。



オルトアミノフェノール

σ Aminophenol



$\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}$:109.13

本品を乾燥したものは、定量するとき、オルトアミノフェノール ($\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、淡黄褐色～褐色、又は帯緑褐色の粉末で、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) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤褐色～濃褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→2000) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、帯緑灰黒色を呈する。

(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-ブロパノール/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_s 値 1.0 付近に黄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 280~284nm に吸収の極大を示す。

融 点 167~175°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、淡褐色~褐色、又は淡緑色~淡暗緑色を呈し、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パラニトロアニリンに対する R_s 値 1.0 付近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 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 2.0%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

過酸化水素水

Hydrogen Peroxide Solution

本品は、過酸化水素の水溶液で、適当な安定剤を含む。本品は、定量するとき、過酸化水素 (H₂O₂) 34.5~35.5%を含む。

性 状 本品は、無色の液で、においはないか、又はオゾンようのにおいがある。

確認試験 本品 1mL は、過酸化物の定性反応を呈する。

pH 2.0~3.7

比 重 d_{20}^{20} : 1.132~1.137 (第1法)

純度試験 (1) 酸 本品 30.0g をとり、新たに煮沸し冷却した水 150mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加え、希水酸化ナトリウム試液 0.60mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。

(2) 重金属 本品 5.0g に水 20mL 及びアンモニア試液 2mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2mL を加え、加熱して溶かし、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、5ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.5mL をとる。

(3) ヒ素 本品 1.0g にアンモニア試液 1mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 10mL を加えて溶かす。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。

(4) 有機安定剤 本品 100g をとり、クロロホルム/ジエチルエーテル混液 (3:2) 50mL, 25mL 及び 25mL で抽出し、全抽出液を合わせ、質量既知の容器にとり、水浴上で加熱してクロロホルム及びジエチルエーテルを留去し、残留物をデシケーター (シリカゲル) で恒量になるまで乾燥するとき、その量は、0.05g 以下である。

(5) 蒸発残留物 本品 20.0g を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105°C で 1 時間乾燥するとき、その量は、0.02g 以下である。

定量法 本品約 1g を精密に量り、水を加えて 100mL とする。この液 10mL をとり、希硫酸 10mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液の紅色が 30 秒間持続する点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 1 mL = 1.701mg H₂O₂

過炭酸ナトリウム

Sodium Percarbonate

Na₂CO₃ · 1.5H₂O₂:157.01

本品は、炭酸ナトリウムの過酸化水素付加化合物で、定量するとき、過炭酸ナトリウム (Na₂CO₃ · 1.5H₂O₂) 80.0~92.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) 5 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えると、液は紅色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→50) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) は、炭酸塩の定性反応 (2) を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1→50) は、過酸化物の定性反応を呈する。

pH 本品 3.0g に新たに煮沸し冷却した水 100mL を加えて溶かした液の pH は、10.0～11.0 である。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に、水 20mL を加え煮沸するとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g をとり、水 20mL を加えて煮沸する。冷後、薄めた硝酸 (1→3) で中和した後、水を加えて 100mL としたものを試料溶液とする。試料溶液 1 mL をとり、水を加えて 20mL とし、薄めた硝酸 (1→3) 2 mL、デキストリン溶液 (1→50) 0.2mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加え、15 分間放置後、混濁を比較するとき、その限度は、4.0% 以下である。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 1.12mL 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 1.26mL 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 本品 2.0g に、新たに煮沸し冷却した水 100mL を加え、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、20.0～26.0mL である。

(5) 重金属 本品 1.0g に水 30mL を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、薄めた塩酸 (2→3) 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 30mL を加えて溶かし、ろ過する。容器とろ紙を約 50℃ の水で洗浄し、この洗液をろ液に加え、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 1.0g をとり、亜硫酸水約 17mL 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、2 ppm 以下である。

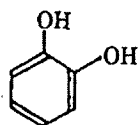
定量法 本品約 1g を精密に量り、水を加え正確に 250mL とする。この液 25mL を正確に

量り、水 50mL 及び希硫酸 20mL 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 1 mL = 5.234mg $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}_2$

カテコール

Catechol



$\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$:110.11

本品を乾燥したものは、定量するとき、カテコール ($\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～灰色の粒又は結晶で、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→200) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、緑色を呈し、更にアンモニア試液 2 滴を加えるとき、液の色は、深紅色に変わる。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用カテコールのそれぞれの水溶液 (1→100) 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カテコールと等しい R_f 値に灰青緑色のスポットを認める。

融点 103～105°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に水 100mL を加えて溶かすとき、液は無色でほとんど澄明である。

(2) 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。

(3) 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。

(4) 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カテコールと等しい R_f 値に単一の灰青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 0.1%以下 (第1法, 2g)

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: キン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 $C_6H_6O_2$

過ホウ酸ナトリウム

Sodium Perborate

$NaBO_3 \cdot 4H_2O$: 153.86

本品は定量するとき、過ホウ酸ナトリウム ($NaBO_3 \cdot 4H_2O$) 95%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→50) 5mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→50) はナトリウム塩の定性反応(1)を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) はホウ酸塩の定性反応(2)を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1→50) は過酸化物の定性反応を呈する。

純度試験(1)溶状 本品 1.0g を水 20mL に煮沸して溶かすとき、液はほとんど澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0g をとり、水 20 mL 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 50mL としたものを試料溶液とする。試料溶液 10mL をとり、水を加えて 50mL とし、塩化バリウム試液 2mL を加え、1 時間放置後、混濁を比較するとき、その限度は、0.2%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 0.83mL を加え、更に薄めた塩酸 (2→3) 0.3mL 及び水を加えて 50mL とし、以下同様に操作して試験を行う。

(3) 重金属 本品 1.0g に水 10mL 及び希塩酸 5mL 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 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、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 0.20g をとり、亜硫酸水約 4mL 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 とする。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。

(5) 過酸化ナトリウム及びホウ酸ナトリウム 本品 2.0g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 100mL を加え、1mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。次の式によって計算するとき、過酸化ナトリウム及びホウ酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 201.22 として) の限度は 5.0% 以下である。

過酸化ナトリウム及びホウ酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 201.22 として) の含有率(%)

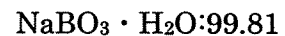
$$= \frac{[1\text{mol/L塩酸の滴定量(mL)} \times 10.061]}{\text{本品採取量(g)}} \frac{[65.39 \times \text{過ホウ酸ナトリウム}(\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O})\text{の定量値}(\%)]}{100}$$

定量法 本品約 0.25g 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。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.02\text{mol/L 過マンガン酸カリウム液 } 1\text{mL} = 7.693\text{mg } \text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$$

過ホウ酸ナトリウム (1 水和物)

Sodium Perborate, Monohydrate



本品は、定量するとき、過ホウ酸ナトリウム ($\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 90.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) 5 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→50) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) は、ホウ酸塩の定性反応 (2) を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1→50) は、過酸化物の定性反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 20mL を加えて煮沸するとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g をとり、水 20mL を加えて煮沸する。冷後、薄めた硝酸 (1→3) で中和した後、水を加えて 100mL としたものを試料溶液とする。試料溶液 10mL をとり、水を加えて 20mL とし、薄めた硝酸 (1→3) 2 mL, デキストリン溶液 (1→50) 0.2mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加え、15 分間放置後、混濁を比較するとき、その限度は 0.5% 以下である。

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

$Na_2S_2O_8$: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 2 g 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)

$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 142.04$

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。

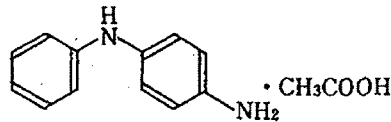
乾燥減量 11.4% 以下 (2 g, 105°C, 4 時間)

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 ($\text{BaSO}_4 \cdot 233.39$) 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 3 mL にフルフラル・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) 1 mL 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) 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 2 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 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 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。

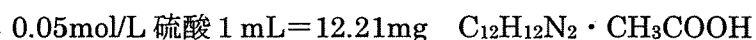
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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ニトロアニリンに対する R_s 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, 2 g)

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。



1,4-ジアミノアントラキノン

1,4-Diaminoanthraquinone

$\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$: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 ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2$) 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) 10mL 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) 10mL 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) 10mL 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。

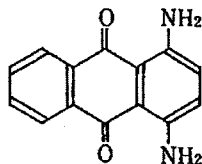
乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

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。

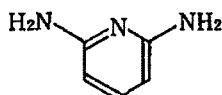
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 11.91mg $C_{14}H_{10}N_2O_2$

(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_s*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)

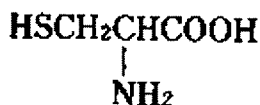
定量法 本品を乾燥し, その約 0.06g を精密に量り, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

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 分間加熱し, 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、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)

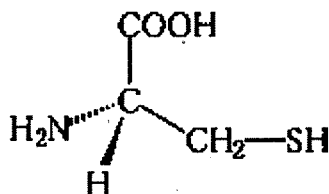
強熱残分 0.05%以下 (第1法, 2g)

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_s 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。

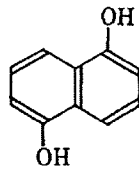
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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1-ナフトールに対する R_s 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)

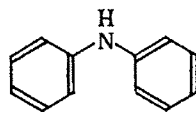
強熱残分 2.0% 以下 (第1法, 1g)

(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) 100 mL を加えて溶かし、その 1 mL をとり、エタノール (95) 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 283~287 nm 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) 10 mL 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、20 ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0 mL 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 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 $C_{12}H_{11}N$

臭素酸カリウム

Potassium Bromate

$KBrO_3$: 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 ($KBrO_3$) 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 1.0g に新たに煮沸し冷却した水 100mL を加えた液の pH は、9.0～10.5 である。

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

(2) アンモニウム 本品 1.0g 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 2.0g を水 5mL に溶かし、塩酸 4.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2mL、水 35mL 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 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。

(4) ヒ素 本品 1.0g を水 3mL に溶かし、塩酸 2mL 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、2ppm 以下である。

定量法 本品約 3g を精密に量り、水 25mL に溶かし、液の青色が黄緑色に変わるまで 5mol/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)。

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

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 1 mL 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、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。



(参考)



チオグリコール酸

Thioglycolic Acid



本品は、定量するとき、チオグリコール酸 ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{S}$) 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、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, 1g)

定量法 本品約 1g 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)



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、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 amL 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 bmL 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)

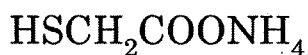
(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を A mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素試液で滴定し、その消費量を B mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 ($A-B$) は、0.4mL 以下である。

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。

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

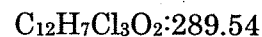
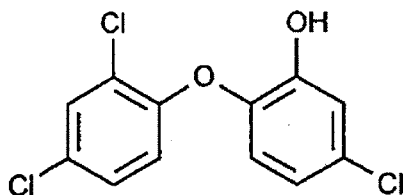
(参考)



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、わずかに特異なにおいがある。

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)

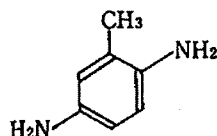
強熱残分 0.1%以下 (第 1 法, 1g)

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°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 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)

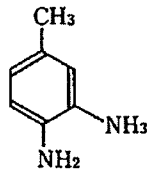
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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



$C_7H_{10}N_2 \cdot 122.17$

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 ($C_7H_{10}N_2$) 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 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)

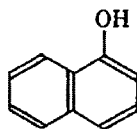
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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 α -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 α -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)

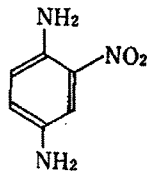
強熱残分 0.3%以下 (第1法, 3g)

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



C₆H₇N₃O₂:153.14

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 (C₆H₇N₃O₂) 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。

(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 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 0.7 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)

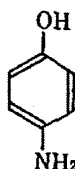
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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 (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)

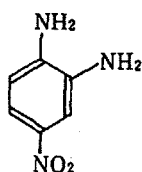
強熱残分 2.5%以下 (第1法, 2g)

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 C₆H₇NO

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°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)

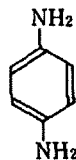
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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 \rightarrow 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 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 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)

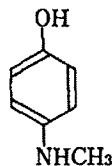
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 2g)

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 $C_6H_8N_2$

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)

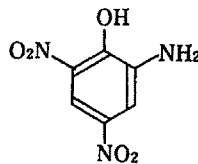
強熱残分 5.0%以下 (第1法, 2g)

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

$C_6H_4N_3NaO_5 \cdot 221.10$

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℃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。

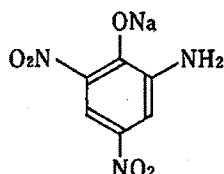
(6) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.75 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認めない。

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.

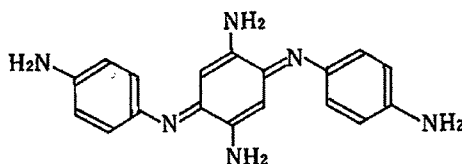
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 7.370mg $C_6H_4N_3NaO_5$

(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



$C_{18}H_{18}N_6 \cdot 318.38$

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)

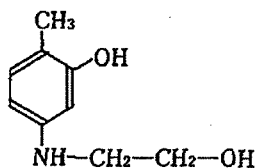
強熱残分 1.0%以下 (第 2 法, 1g)

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 (C₉H₁₃NO₂) 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。

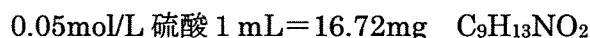
(3) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(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



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 (C₁₂H₁₀N₅NaO₆S) 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 μL 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℃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

ニウム鉄（Ⅲ）試液 1 mL を加え、0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が淡赤褐色を呈した点とする。別に同様の方法で空試験を行い、次式により塩化物の量（%）を求めるとき、その量は、塩化ナトリウム（NaCl:58.44）として 20.0%以下である。

$$\text{塩化ナトリウムの量 (\%)} = 0.00584 \times (b-a) / W \times 1000$$

ただし、a：本試験の 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム液の消費量（mL）

b：空試験の 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム液の消費量（mL）

W：本品採取量（g）

(6) 硫酸塩 (5) の試料溶液 100mL を正確にとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の色が紅色を呈するまで希水酸化ナトリウム試液を滴加し、次いで液の色が消えるまで薄めた塩酸（1→1000）を滴加する。これにエタノール（99.5）100mL を加えて振り混ぜながら 0.01mol/L 塩化バリウム液で滴定する（指示薬：テトラヒドロキシキノニナトリウム・塩化カリウム混合試薬 0.4g）。ただし、滴定の終点は、液が紅色を呈した点とする。別に同様の方法で空試験を行い、次式により硫酸塩の量（%）を求めるとき、その量は、硫酸ナトリウム（Na₂SO₄:142.04）として 35.0%以下である。

$$\text{硫酸ナトリウムの量 (\%)} = 0.00142 \times (a-b) / W \times 1000$$

ただし、a：本試験の 0.01mol/L 塩化バリウム液の消費量（mL）

b：空試験の 0.01mol/L 塩化バリウム液の消費量（mL）

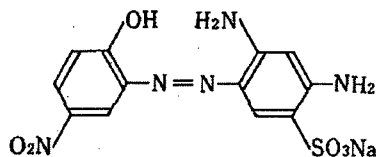
W：本品採取量（g）

乾燥減量 10.0%以下（1.5g, 105°C, 4時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 0.16g 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。

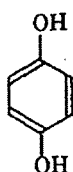
$$0.05\text{mol/L 硫酸 } 1\text{ mL} = 7.506\text{mg } \text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_5\text{NaO}_6\text{S}$$

(参考)



ヒドロキノン

Hydroquinone



$C_6H_6O_2$:110.11

本品を乾燥したものは、定量するとき、ヒドロキノン ($C_6H_6O_2$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～灰色の結晶で、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→500) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、青色を呈し、液の青色は、直ちに消える。これに、アンモニア試液を滴加するとき、液は、褐色を呈し、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 5 mL に硝酸銀アンモニア試液 5 滴を加えて加熱するとき、液は、銀鏡又は黒褐色の沈殿を生ずる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用ヒドロキノンのそれぞれ 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ヒドロキノンと等しい R_f 値に青色～青紫色のスポットを認める。

融点 171～174°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に薄めた酢酸 (31) (1→20) 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) 鉄 本品 1.0g をとり、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、鉄標準液 3.0mL 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、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 0.40g 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、5 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ヒドロキノンと等しい R_f 値に単一の青色～青紫色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.3%以下 (2g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.3%以下 (第2法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、0.05mol/L 硫酸 20mL 及び水 70mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。この液 50mL をとり、水 50mL を加えて、0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液で電位差滴定する。

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 1 mL = 5.506mg $C_6H_6O_2$

ピロガロール

Pyrogallol

本品は、主としてピロガロール ($C_6H_6O_3$: 126.11) からなる。

性状 本品は、白色の結晶で、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) 10mL に水酸化ナトリウム試液 3 滴を加えるとき、液は、帯赤黄色～黄褐色を呈し、しばらく放置するとき、液は、徐々に褐色～黒褐色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1→200) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、赤褐色～褐色を呈する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用ピロガロールのそれぞれの水溶液 (1→100) 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ピロガロールと等しい R_f 値に青紫色のスポットを認める。

融点 128～136°C (第1法)

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) 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。

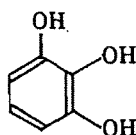
(3) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(4) 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ピロガロールと等しい R_f 値に単一の青紫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)

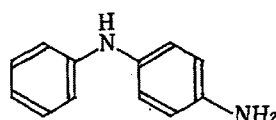
強熱残分 0.3%以下 (第1法, 2g)

(参考)



N-フェニルパラフェニレンジアミン

N-Phenyl-*p*-phenylenediamine



$C_{12}H_{12}N_2$:184.24

本品を乾燥したものは、定量するとき、N-フェニルパラフェニレンジアミン ($C_{12}H_{12}N_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、黒褐色～褐紫色の粉末、小片又は固体で、わずかに特異なおいがある。

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

(2) 本品の希エタノール溶液 (1→1000) 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えると、液は、帯黄赤色を呈する。

(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 0.8 付近に暗赤色～赤褐色のスポットを認める。

(4) 本品 0.03g にエタノール (95) 200mL を加えて溶かし、その 2 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 286～290nm に吸収の極大を示す。

融 点 69～75℃ (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、暗赤褐色～暗赤紫色を呈し、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 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。

乾燥減量 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.3%以下 (第1法, 2g)

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。



フッ化ナトリウム

Sodium Fluoride

NaF : 41.99

本品を乾燥したものは定量するとき、フッ化ナトリウム (NaF) 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→50) を必要ならばろ過し、この液 2 mL にピロアンチモ

ン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→20000) 2 mL にランタン・アリザリンコンプレキソン試液 2 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験 (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g を白金皿にとり、水 20 mL 及び硝酸カリウム 3 g を加えて溶かし、氷水中で冷却する。これにフェノールフタレイン試液 3 滴を加えて試料溶液とし、氷水中で冷却しながら次のいずれかの試験を行う。

(i) 酸 試料溶液が無色ならば、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定するとき、その量は、4.0 mL 以下である。

(ii) アルカリ 試料溶液が微赤色ならば、0.025 mol/L 硫酸で滴定するとき、その量は、0.5 mL 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0 g を白金るつぼにとり、水 1 mL 及び硫酸 3 mL を加える。白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後、500~600°C で強熱する。冷後、水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア水 (28) を液が微赤色となるまで滴加し、これに酢酸 (100) 1 mL を加え、希酢酸又はアンモニア試液で pH 3~4 に調整し、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、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、30 ppm 以下である。ただし、比較液には、水 1 mL 及び硫酸 3 mL をとり、以下試料溶液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL としたものをを用いる。

(3) ヒ素 本品 0.20 g を白金皿にとり、硝酸 2 mL 及び臭素試液 1 mL を加え、水浴上で約 10 分間加熱する。次に薄めた硫酸 (1→10) 5 mL を加え、水浴上で約 0.5 mL になるまで蒸発した後、少量の水で白金皿の内壁を洗い、更に水浴上で蒸発する。これを少量の水に溶かしたものを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、10 ppm 以下である。

(4) ケイフッ化物 (1) の (i) 又は (ii) の試験後の液を沸騰するまで加熱し、液が持続する赤色を呈するまで熱時 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定するとき、その量は 1.5 mL 以下である。

乾燥減量 1.0% 以下 (2 g, 150°C, 4 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にフッ素標準原液 20 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、pH 5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、10 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。フッ素標準原液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、1 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。試料溶液並びに 1 ppm 及び 10 ppm フッ素標準溶液につき、フッ素試験法第 2 法を用いて試料溶液のフッ素濃度 (I) を求める。

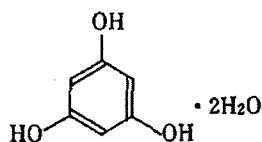
$$\text{フッ化ナトリウム (NaF) の量 (\%)} = I / W \times 17.68$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 (μ g)

W : 本品採取量 (g)

フロログルシン

Phloroglucin



$C_6H_6O_3 \cdot 2H_2O:162.14$

本品は、フロログルシンの2水和物からなる。本品を乾燥したものは、定量するとき、フロログルシン ($C_6H_6O_3:126.11$) として95.0%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→1000) 10mL に硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物溶液 (1→100) 1mL を加えるとき、液は、褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL にリンタングステン酸溶液 (1→50) 1mL 及び炭酸ナトリウム試液 1mL を加えるとき、液は、紫色を呈する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用フロログルシンのそれぞれ 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 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。薄層板にリンモリブデン酸試液を噴霧し、しばらく放置するとき、薄層クロマトグラフィー用フロログルシンと等しい R_f 値に灰青色のスポットを認める。

(4) 本品 0.025g に水 100mL を加えて溶かす。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 265~269nm に吸収の極大を示す。

融点 209~219°C (第1法) ただし、105°C で2時間乾燥したものをを用いる。

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、無色で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 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。

乾燥減量 20.0～24.0% (1g, 105°C, 2時間)

強熱残分 0.3%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、首長の丸底フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液5mLを正確に加え、すり合わせの空気冷却器を付け、水浴中で1時間加熱する。冷後、空気冷却器の上方から水1mLを加えてよく振り混ぜ、更に水浴中で10分間加熱し、冷後、空気冷却器及びフラスコの首部の付着物を中和エタノール5mLで洗い込み、0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL=21.02mg $C_6H_6O_3$

ヘマテイン

Hematein

本品は、インド産マメ科植物 *Haematoxylon campechianum* Linné (*Leguminosae*) から得られ、主としてヘマテイン ($C_{16}H_{12}O_6$:300.26) からなる。

性状 本品は、赤褐色～黒褐色の粉末又は固体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 10mLに塩化鉄(III)試液5滴を加えるとき、液は、青黒色～黒灰色を呈する。

(2) 本品0.1gにアンモニア試液10mLを加えて溶かすとき、液は、赤紫色～褐紫色を呈する。

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

(2) 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。

(3) 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。

乾燥減量 5.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 15.0%以下 (第1法, 1g)

没食子酸

Gallic Acid

本品は、主として没食子酸 ($C_7H_6O_5 \cdot H_2O$: 188.13) からなる。

性状 本品は、白色～微黄白色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、青黒色を呈する。

(2) 本品 0.5g に水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀アンモニア試液 5 滴を加えて加熱するとき、液は、銀鏡又は黒褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に熱湯 20 mL を加えて溶かすとき、液は、無色～微黄色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0g に水 20 mL を加えて約 1 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 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、0.02% 以下である。ただし、比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL をとる。

(3) タニン酸 (2) のろ液 5 mL にゼラチン試液 3 滴又はアルブミン試液 3 滴を加えるとき、液は、沈殿を生じない。

(4) 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。

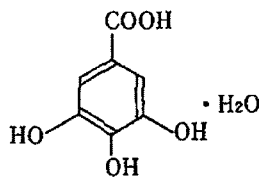
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下であ

る。

乾燥減量 8.5~10.5% (1g, 105°C, 2時間)

強熱残分 0.2%以下 (第2法, 1g)

(参考)



ポリオキシエチレンラウリルエーテル (8~10E. O.)

Polyoxyethylene Lauryl Ether (8-10E.O.)

本品は、主として「ラウリルアルコール」に酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンラウリルエーテルで、酸化エチレンの平均付加モル数は8~10である。

性 状 本品は、白色のワセリンよう物質で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水 10mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 5mL を加えてよく振り混ぜ、次にクロロホルム 5mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は、青色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1350cm^{-1} 、 1250cm^{-1} 及び 1115cm^{-1} 付近に吸収を認める。

水酸基価 90~110

純度試験 (1) 酸 本品 10.0g をフラスコに入れ、中和エタノール 50mL を加え、水浴上で1~2回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する。冷後、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 5.3mL 及びフェノールフタレイン試液 5滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第1法により操作し、試験を行うとき、その限度は、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 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。

(4) 不飽和化合物 本品 0.5g に水 10mL を加えて振り混ぜ、臭素試液 5滴を加えるとき、試液の色は消えない。

強熱残分 1.0%以下 (第3法, 1g)

無水チオ硫酸ナトリウム

Anhydrous Sodium Thiosulfate

チオ硫酸ナトリウム（無水）

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$:158.11

本品を乾燥したものは定量するとき、チオ硫酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、ナトリウム塩の定性反応 (2) を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) は、チオ硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、水 10mL を加えて溶かし、希塩酸 5 mL を徐々に加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 15mL を加え、2 分間穏やかに煮沸した後、ろ過する。ろ液を沸騰するまで加熱し、熱時臭素試液を加え、液が澄明となり、臭素がわずかに過量となったとき、更に煮沸して臭素を除く。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加する。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) カルシウム 本品 1.0g をとり、水 10mL を加えて溶かし、シュウ酸アンモニウム試液 2 mL を加え、4 分間放置するとき、液は、混濁しない。

(4) ヒ素 本品 0.20g をとり、硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え、更に亜硫酸水 10mL を加え、水浴上で加熱して約 2 mL となるまで濃縮し、水を加えて 5 mL 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、10ppm 以下である。

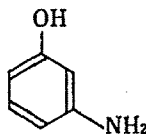
乾燥減量 3.0%以下 (1g, 105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水 30mL を加えて溶かし、0.05mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。

0.05mol/L ヨウ素液 1 mL = 15.81mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

メタアミノフェノール

m-Aminophenol



$\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}$:109.13

本品を乾燥したものは、定量するとき、メタアミノフェノール (C_6H_7NO) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡黄色の粉末又は薄片、あるいは帯灰黒色の小片で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、黄色～帯赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に希塩酸 2 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 3 mL を加え、更に 2,4-ジニトロフェノール溶液 (1→1000) 0.5mL を加えるとき、液は、だいたい色を呈する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用メタ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→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用メタ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。

(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 280～284nm に吸収の極大を示す。

融点 117～125°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～淡黄褐色を呈し、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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 3.0mL 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メタ

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 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)

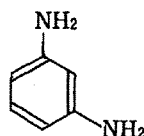
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.19g 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

メタフェニレンジアミン

m-Phenylenediamine



$C_6H_8N_2$:108.14

本品を乾燥したものは, 定量するとき, メタフェニレンジアミン ($C_6H_8N_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 褐色, 又は帯青黒褐色～黒褐色の結晶又は固体で, わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後, ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき, 液は, 淡黒紫色を呈し, これを加熱するとき, 液の色は, 灰緑色～灰緑褐色に変わり, 沈殿を生じる。

(2) (1) のろ液 3 mL にフルフラル・酢酸試液 4 滴を加えるとき, 液は, 帯黄赤色～黄褐色を呈し, 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→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_f 値に帯赤黄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, その液 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 285～289nm に吸収の極大を示す。

融 点 57～65℃ (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、黒褐色を呈し、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つづける。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 0.3%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 C₆H₈N₂

モノエタノールアミン

Monoethanolamine

エタノールアミン

Ethanolamine

C₂H₇NO:61.08

本品は、定量するとき、モノエタノールアミン (C₂H₇NO) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色～微黄色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 mL を静かに加熱するとき、発生するガスは、潤したリトマス紙を青変する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 1 mL にペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 1 滴及びアセトン 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤紫色を呈する。

屈折率 n_D^{20} : 1.451~1.457

比重 d_{20}^{20} : 1.014~1.021 (第 1 法)

純度試験 (1) 溶状 本品 5.0g に水を加えて 20mL とした液は、澄明である。

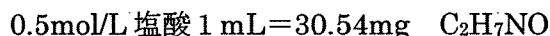
(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) ヒ素 本品 0.40g 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、5 ppm 以下である。

水分 0.5%以下 (1g)

強熱残分 0.01%以下 (第 2 法, 10g)

定量法 本品約 1g を精密に量り、水 30mL を加えて振り混ぜた後、0.5mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 : プロモクレゾールグリーン試液 3 滴)。



モノフルオロリン酸ナトリウム

Sodium Monofluorophosphate

Na_2FPO_3 : 143.95

本品を乾燥したものは定量するとき、モノフルオロリン酸ナトリウム (Na_2FPO_3) 90.0% 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→50) 2 mL にピロアンチモン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 2 mL に過塩素酸銀溶液 (2→5) 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 2 mL に薄めた硫酸 (1→2) 0.5mL を加え、よく振り混ぜる。水浴中で 10 分間加熱し、冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) で中和し、pH5.2 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL 及びランタン・アリザリンコンプレキソン試液 2 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。

pH 本品 2.0g をとり、水を加えて溶かし、100mL とした液の pH は 6.2~7.8 である。

純度試験 (1) フッ化ナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.7g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 20mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とす

る。この液 5 mL を正確に量り、pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にフッ素標準原液 20 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、pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、10 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。フッ素標準原液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、1 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。試料溶液並びに 1 ppm 及び 10 ppm フッ素標準溶液につき、フッ素試験法第 2 法を用いて試料溶液のフッ素濃度 (I) を求めるとき、フッ化ナトリウムは 3% 以下である。

$$\text{フッ化ナトリウム (NaF) の量 (\%)} = I / W \times 0.8840$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 (μ g)

W : 本品採取量 (g)

なお、試料溶液の測定値が、標準溶液の範囲に入らない時は、希釈率を変えて測定を行う。

(2) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、更に希塩酸 5 mL を加え、よくかき混ぜ必要ならばろ過する。この液にアンモニア試液を加えて中和した後 (指示薬: フェノールフタレイン試液)、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 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、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。

(3) ヒ素 本品 0.20 g を白金皿にとり、硝酸 2 mL 及び臭素試液 1 mL を加え、水浴上で約 10 分間加熱する。次に薄めた硫酸 (1→10) 5 mL を加え、酸が出なくなるまで水浴上で蒸発した後、少量の水で白金皿の内壁を洗い、更に水浴上で蒸発する。これを少量の水に溶かしたものを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、10 ppm 以下である。

乾燥減量 1.0% 以下 (2 g, 105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 20 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を共栓試験管に正確に量り、栓をして水浴上で 20 分間加熱する。冷後、この液に pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフッ素標準原液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 1 mL 及び pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、10 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。フッ素標準原液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 1 mL 及び pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加え、1 ppm フッ素標準溶液とする。用時製する。試料溶液並びに 1 ppm 及び 10 ppm フッ素標準溶液につき、フッ素試験法第 2 法を用いて試料溶液のフッ素濃度 (I) を求める。ここで得たフッ素の量 (I) 及び純度試験 (1) で得たフッ化ナトリウムの量から、モノフルオロリン酸ナトリウムの量を求める。

モノフルオロリン酸ナトリウム (Na_2FPO_3) の量 (%)

$$= 7.576 \times (0.8000 \times I / W - 0.4525 \times \text{NaF})$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 (μ g)

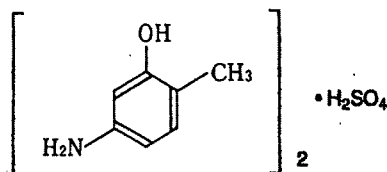
W : 本品採取量 (g)

NaF : フッ化ナトリウムの量 (%)

硫酸5-アミノオルトクレゾール

5-Amino-*o*-cresol Sulfate

硫酸パラアミノオルトクレゾール



$(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$: 344.38

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸5-アミノオルトクレゾール $[(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡褐色の結晶性の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、黄褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 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_f 値 0.7 付近に黄色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g 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 271～275nm に吸収の極大を示す。

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～淡黄褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) エーテル可溶物 本品約 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、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。

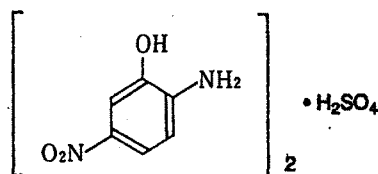
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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 付近に単一の黄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 0.2% 以下 (第 1 法, 1g)
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 2-アミノ-5-ニトロフェノール

2-Amino-5-nitrophenol Sulfate



$(C_6H_6N_2O_3)_2 \cdot H_2SO_4: 406.33$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 2-アミノ-5-ニトロフェノール

$[(C_6H_6N_2O_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、帯緑黄褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→2500) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5滴を加えるとき、液は、黄褐色を呈する。

(2) 本品 0.5g に水 100mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 5 mL に塩化バリウム試液 5滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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_s 値 1.0 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 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 255~259nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希塩酸 20mL を加えて溶かすとき、液は、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 2~3 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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL をとる。

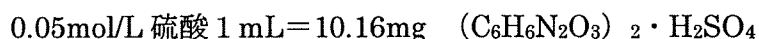
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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_s 値 1.0 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 5.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

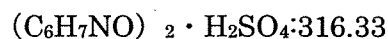
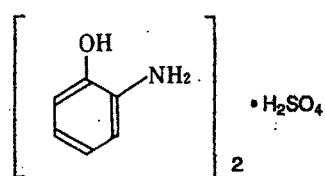
強熱残分 0.2%以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.18g 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。



硫酸オルトアミノフェノール

σ -Aminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸オルトアミノフェノール $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡褐色の結晶性の粉末で、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→100) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、濃褐色～赤紫色を呈し、混濁する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、黄褐色を呈し、徐々に灰黒色に変わり、混濁する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 1.0 付近に黄色のスポットを認める。

(5) 本品 0.05g 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 270～274nm に吸収の極大を示す。

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、淡いだいだい色を帯びた褐色を呈し、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 (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 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、1.0% 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 25mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、80ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

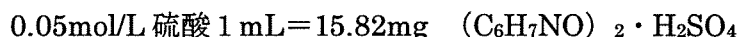
(4) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(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。

乾燥減量 0.3% 以下 (2g, 105°C, 2 時間)

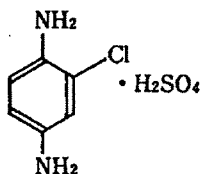
強熱残分 1.0% 以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



硫酸オルトクロルパラフェニレンジアミン

o-Chloro-*p*-phenylenediamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸オルトクロルパラフェニレンジアミン ($C_6H_7ClN_2 \cdot H_2SO_4$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、淡紫色～紫色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 1g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えて加温するとき、液は、褐紫色を呈する。

(2) (1) のろ液 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、だいたい色を呈する。

(3) (1) のろ液 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 0.2g に水 1 滴を加えて潤し、炎色反応を行うとき、緑色を呈する。

(5) 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 → 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 1.8 付近にだいたい色～赤色のスポットを認める。

(6) 本品 0.01g 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 236～240nm 及び 290～294nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.20g に希塩酸 20mL を加えて溶かすとき、液は、暗赤色～淡赤紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(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 (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 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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、3.0%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。

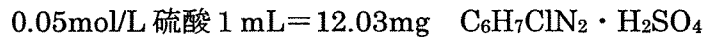
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (5) 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 1.8 付近に単一のだいたい色～赤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)

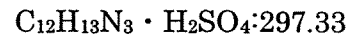
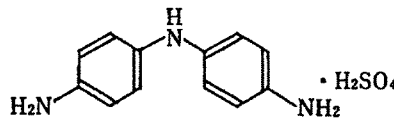
強熱残分 2.0%以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.21g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。



硫酸 4,4'-ジアミノジフェニルアミン

4,4'-Diaminodiphenylamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 4,4'-ジアミノジフェニルアミン ($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、灰色～青紫色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1g に水 100 mL 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、濃赤色を呈する。

(2) (1) のろ液 10 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。

(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 μL 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 1.0 付近に赤褐色～褐色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g に水 250mL 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 283～287nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 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 (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 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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、0.5% 以下である。

(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 (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 1.0 付近に単一の赤褐色～褐色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 10.0% 以下 (1g, 105℃, 2 時間)

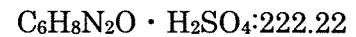
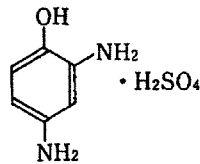
強熱残分 0.5% 以下 (第 2 法, 1g)

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 = 9.911mg $C_{12}H_{13}N_3 \cdot H_2SO_4$

硫酸 2,4-ジアミノフェノール

2,4-Diaminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸2,4-ジアミノフェノール ($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、淡紫色の粉末、又は灰紫色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、黄褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(4) 本品 0.02g 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 231～235nm 及び 285～289nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は、淡赤紫色を呈し、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 (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 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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、0.3% 以下である。

(3) 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。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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL 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。

乾燥減量 10.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

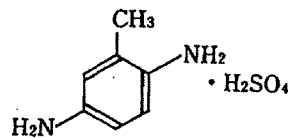
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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 = 11.11mg $C_6H_8N_2O \cdot H_2SO_4$

硫酸トルエン-2,5-ジアミン

Toluene-2,5-diamine Sulfate



$C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$:220.25

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸トルエン-2,5-ジアミン ($C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰色～淡赤紫色の結晶性の粉末で、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→100) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、赤紫色～紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、帯黄赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 0.01g 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塩酸メタフェニレンジアミン

に対する R_s 値 0.9 付近に黄色～だいたい色のスポットを認める。

(5) 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 233～237nm 及び 284～288nm に吸収の極大を示す。

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、淡赤紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(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 (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 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、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に対する R_s 値 0.9 付近に単一の黄色～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 5.0% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

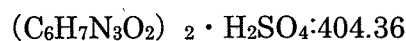
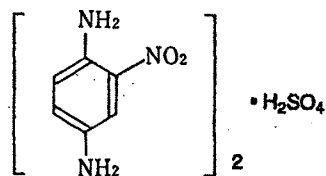
強熱残分 0.3% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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 = 11.01mg $C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$

硫酸ニトロパラフェニレンジアミン

Nitro-*p*-phenylenediamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸ニトロパラフェニレンジアミン $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～緑黄色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 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_f 値 0.7 付近に帯赤黄色～黄褐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、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 232～236nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は、赤褐色～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 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 (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 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、1.0% 以下である。

(3) 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。

(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、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。

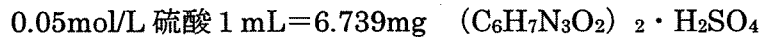
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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)

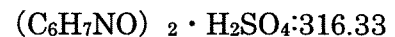
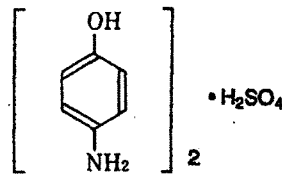
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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。



硫酸パラアミノフェノール

p-Aminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラアミノフェノール $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡灰褐色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 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、淡緑色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL 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、青紫色を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(5) 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→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。

(6) 本品 0.05g 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 271~275nm に吸収の極大を示す。

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 (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 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、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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 3.0mL 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 (5) 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 0.2% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

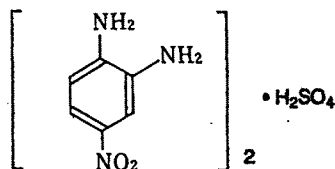
強熱残分 0.2% 以下 (第 2 法, 2 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g 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 = 15.82mg $(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

硫酸パラニトロオルトフェニレンジアミン

p-Nitro-*o*-phenylenediamine Sulfate



$(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 : 404.36$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラニトロオルトフェニレンジアミン $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 97.0%以上を含む。

性状 本品は、黄褐色～灰褐色の粉末である。

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 に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 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_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 0.01g に水 100mL を加えて溶かし、その 20mL 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 262～266nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.05g に希塩酸 100mL を加えて溶かすとき、液は、黄褐色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) エーテル可溶物 本品約 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 (G 4) 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、1.0%以下である。

(3) 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。

(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 (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_s 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 1.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

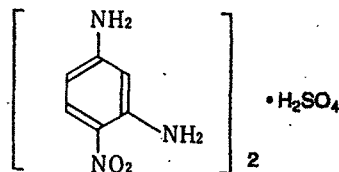
強熱残分 1.0%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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 = 6.739mg $(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

硫酸パラニトロメタフェニレンジアミン

p-Nitro-*m*-phenylenediamine Sulfate



$(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4: 404.36$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラニトロメタフェニレンジアミン

$[(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～だいたい色の粉末である。

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 に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 → 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 0.7 付近にだいたい色のスポットを認める。

(3) 本品 0.01g に水 200mL 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 388 ~ 392nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 50mL を加えて溶かすとき、液は、黄褐色を呈し、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

(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 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、1.0% 以下である。

(3) 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。

(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 (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_s 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 5.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

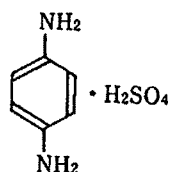
強熱残分 0.1%以下 (第2法, 2g)

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 = 6.739mg ($C_6H_7N_3O_2$)₂ · H₂SO₄

硫酸パラフェニレンジアミン

p-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, 硫酸パラフェニレンジアミン ($C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色～淡紫色の粉末である。

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, 緑色～緑褐色を呈し, 混濁し, 銀が析出する。

(2) 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, 帯黄赤色～赤褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 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, 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 0.05g 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 232～236nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 30mL を加えて溶かすとき、液は、微褐色又は淡紫色を呈し、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 (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 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℃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。

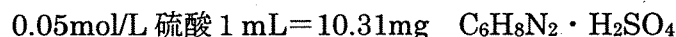
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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)

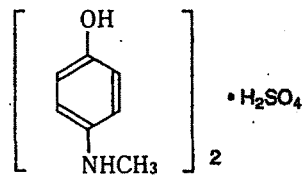
強熱残分 0.3% 以下 (第 1 法, 2g)

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。



硫酸パラメチルアミノフェノール

p-Methylaminophenol Sulfate



$(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 344.38$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラメチルアミノフェノール $[(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡灰白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→200) 10mL 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。

(3) 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) 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。

(4) 本品 0.05g に水 250mL 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 219～223nm 及び 269～273nm に吸収の極大を示す。

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) 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 (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 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、0.1% 以下である。

(3) 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。

(4) 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

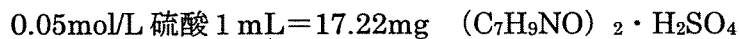
で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL をとる。

(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。

乾燥減量 1.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

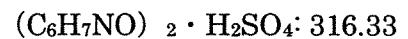
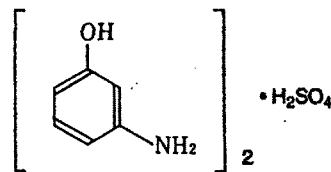
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 1g)

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。



硫酸メタアミノフェノール

m-Aminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸メタアミノフェノール $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$ 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～灰色の結晶性の粉末又は結晶で、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) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、紫褐色～淡紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に希塩酸 2 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 3 mL を加え、更に 2,4-ジニトロフェノール溶液 (1→1000) 0.5mL を加えるとき、液は、だいたい色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用メタ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メタ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 0.05g 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 270 ~ 274nm 及び 275 ~ 279nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に水 50mL を加えて溶かすとき、液は、無色澄明である。

(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 (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 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、1.0% 以下である。

(3) 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。

(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。

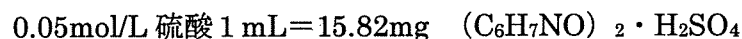
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して、液が無色 ~ 微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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メタ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 0.2% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

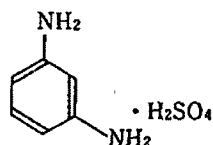
強熱残分 0.2% 以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



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 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塩酸メタフェニレンジアミンと等しい *R_f* 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。

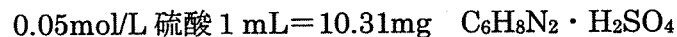
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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。



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 H₂SO₃

無色透明の液で、刺激臭がある。密度：約 1.03 g/mL

含量(SO₂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 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1 mL=3.203mg SO₂

アンモニア水(28) NH₃ [K 8085, 特級]

エタノール(95) C₂H₅OH [K 8102, 特級]

エタノール(99.5) C₂H₅OH [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 C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈·2H₂O [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 FeCl₃·6H₂O [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 MgCl₂·6H₂O [K 8159, 特級]

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

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液

塩酸ヒドロキシアンモニウム 20 g に水を加えて溶かし, 100 mL 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 0.16 g 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 = 9.053 mg $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

過塩素酸 (60%) 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%) 100 mL に水を加えて 460 mL とする.

過酸化水素 (30) H_2O_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 0.5 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 100 mL とする.

この液 20 mL をとり, カテコール用酢酸鉛試液 30 mL 及び水 50 mL を加えて加熱する. 冷後, 水を加えて 200 mL とし, ろ過する. 初めのろ液 20 mL を除き, 次のろ液 100 mL をとり, 0.05 mol/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.

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

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 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) CH_3COOH [K 8355, 特級]

酢酸 (31) 酢酸 (100) 31.0 g に水を加えて 100 mL とする (5 mol/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) La_2O_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.

α -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 α -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 1597cm^{-1} , 1466cm^{-1} , 1389cm^{-1} , 1317cm^{-1} , 1264cm^{-1} , 1247cm^{-1} , 1213cm^{-1} , 1114cm^{-1} 及び 849cm^{-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 $K_3Fe(CN)_5$ [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]

ペルオキソ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。

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 2.5g 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ー用 $(C_7H_9NO)_2 \cdot H_2SO_4$

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 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 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。