

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  $\mu$ 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<sub>F</sub>* 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 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 (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)

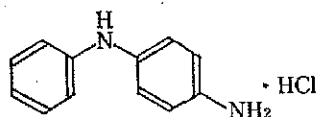
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 9.053mg  $C_6H_8N_2 \cdot 2HCl$

### 塩酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン

*N*-Phenyl-*p*-phenylenediamine Hydrochloride



$C_{12}H_{12}N_2 \cdot HCl$ :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 ( $C_{12}H_{12}N_2 \cdot HCl$ ) 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  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 → 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する  $R_f$  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 (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パラニトロアニリンに対する  $R_f$  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°C, 2 時間)

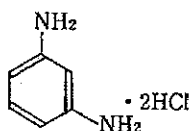
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンと等しい *R<sub>F</sub>* 値に帯赤黄色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。

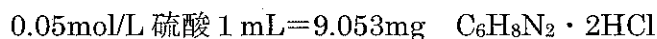
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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)

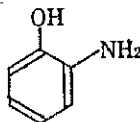
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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

$\sigma$ -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) 10 mL 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) 10 mL 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-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とす

る。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1  $\rightarrow$  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 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 $^{\circ}$ 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  $R_f$  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 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 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 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℃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 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

## 過炭酸ナトリウム

Sodium Percarbonate

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> · 1.5H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: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 (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> · 1.5H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 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°C 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、2ppm 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

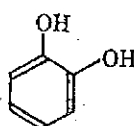


量り、水 50mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。

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  $\mu\text{L}$  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: キシレノールオレンジ試液3滴)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が黄色に変わる点とする。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 5.506mg  $C_6H_6O_2$

## 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量をとり、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。

$$\frac{\text{過酸化ナトリウム及びホウ酸ナトリウム } (\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 : 201.22 \text{ として) の含有率(\%)}{100} = \frac{[\text{1mol/L 塩酸の滴定量(mL)} \times 10.061] - [65.39 \times \text{過ホウ酸ナトリウム}(\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) \text{の定量値}(\%)]}{\text{本品採取量(g)}}$$

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

$\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} : 99.81$

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) 5mL 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) 2mL、デキストリン溶液 (1→50) 0.2mL 及び硝酸銀試液 1mL 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。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を取り、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4mLを取り、水を加えて20mL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、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、1mol/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。

（6）ヒ素 本品0.20gを取り、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1mL=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2mL及び硝酸銀溶液（1→50）2mL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 を白金るつばにとり、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 をるつばにとり、かき混ぜ、徐々に加熱した後、強熱する。冷後、水 10mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の紅色が消えるまで希硝酸を加え、更に希硝酸 10mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.009% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

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

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

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

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

## 乾燥硫酸ナトリウム

Exsiccated Sodium Sulfate

硫酸ナトリウム(乾燥)

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

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

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

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

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

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

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

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

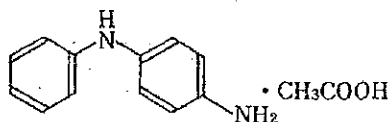
乾燥減量 11.4%以下 (2g, 105°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水 200mL を加えて溶かし、塩酸 1.0mL を加えて煮沸した後、熱時塩化バリウム試液 8 mL を徐々に加える。この液を水浴上で 1 時間加熱し、冷後、沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗った後、乾燥し、徐々に温度を上げて 500~600°C で恒量になるまで強熱し、その質量を量り、硫酸バリウム ( $\text{BaSO}_4$ :233.39) の量とする。

硫酸ナトリウム (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) の量 (mg) = 硫酸バリウム (BaSO<sub>4</sub>) 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



C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> · CH<sub>3</sub>COOH: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 (C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub> · CH<sub>3</sub>COOH) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰紫色～黒紫色の粉末で、特異なにおいがある。

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

乾燥減量 1.0% 以下 (1.5g, シリカゲル, 4 時間)

強熱残分 0.2% 以下 (第 1 法, 2g)

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

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

## 1,4-ジアミノアントラキノン

### 1,4-Diaminoanthraquinone

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

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

性状 本品は、紫色～黒紫褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

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

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

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