

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) ビ素 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。

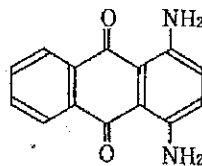
乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

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。

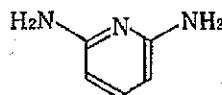
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 11.91mg $C_{14}H_{10}N_2O_2$

(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 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 0.7 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 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 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)

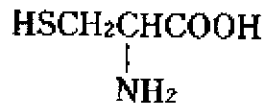
定量法 本品を乾燥し, その約 0.06g を精密に量り, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 3.638mg $C_3H_7N_3$

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 1mol/L 塩酸試液溶液 (2→25) は旋光性を示さない。

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

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

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

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

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

(5) 鉄 本品2.0gに水15mLを加えて溶かし、更に希硝酸5mL、ペルオキ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。

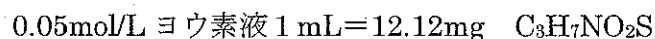
(6) ヒ素 (4)の試料原液20mLをとり、試験を行うとき、その限度は、1ppm以下である。

(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)

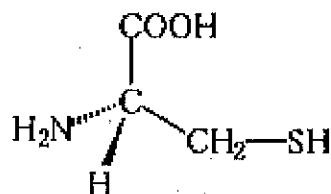
強熱残分 0.05%以下(第1法, 2g)

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。



L-システイン

L-Cysteine



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}:121.16$

本品を乾燥したものは、定量するとき、L-システイン($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}$)97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1585cm^{-1} 、 1425cm^{-1} 、 1395cm^{-1} 、 1350cm^{-1} 及び 1295cm^{-1} 付近に吸収を認め

る。

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

(3) 本品の水溶液 (1→100) 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 $C_8H_7NO_2S$

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 $^{\circ}$ C (第1法)

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

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

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

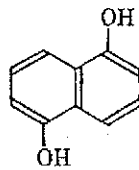
(4) ヒ素 本品1.0gをとり、硫酸2mL及び硝酸5mLを加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸2～3mLずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液15mLを加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて10mLとし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用1-ナフトールに対する R_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 $^{\circ}$ C, 2時間)

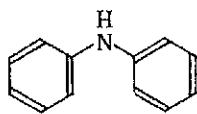
強熱残分 2.0%以下 (第1法, 1g)

(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 → 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°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, 2 g)

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

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 16.92mg C₁₂H₁₁N

臭素酸カリウム

Potassium Bromate

KBrO₃ : 167.00

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

性状 本品は無色～白色の結晶性の粉末である。

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

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

純度試験 (1) 液性 本品の水溶液 (1→30) は、中性である。

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

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

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

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105°C, 2 時間)

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

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

ゼオライト

Zeolite

合成ゼオライト

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

性状 本品は、白色の粉末である。

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

(2) (1) のろ液は、アルミニウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) (1) のろ液は、ナトリウム塩の定性反応 (2) を呈する。

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

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

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

乾燥減量 30.0%以下 (2g, 105°C, 2 時間)

セスキ炭酸ナトリウム

Sodium Sesquicarbonate

二炭酸一水素三ナトリウム

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

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

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

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

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

pH 本品 1.0g 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 (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 に対応する量をとる、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 に対応する量をとる、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 に対応する量をとる、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 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。

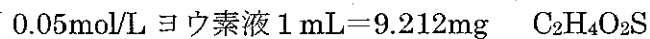
$$\text{ジチオジグリコール酸}(C_4H_6O_4S_2)\text{の含量}(\%) = \{0.9111 \times (a-b) \times 5\} / W$$

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

$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{S}:92.12$

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)

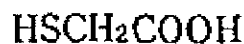
(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を A mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を B mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 (A-B) は、0.4mL 以下である。

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。