

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 a mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を b mL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。

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

下である。

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

W: 本品採取量 (g)

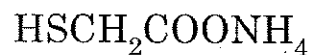
(6) 他の還元性物質 (5) の試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、0.05mol/L ヨウ素液で滴定し、その消費量を AmL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。別に、試料溶液 20mL をとり、水 30mL 及び希硫酸 20mL を加え、初め注意して穏やかに加熱し、更に 5 分間煮沸し、冷後、0.05mol/L ヨウ素試液で滴定し、その消費量を BmL とする (指示薬: デンプン試液 3mL)。それぞれの滴定における 0.05mol/L ヨウ素液の消費量の差 (A-B) は、0.4mL 以下である。

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

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

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

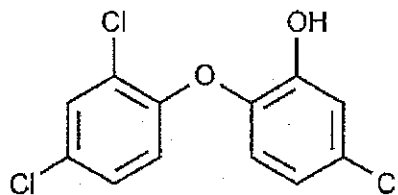
(参考)



トリクロサン

Triclosan

トリクロロヒドロキシジフェニルエーテル



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

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3320cm^{-1} , 1600cm^{-1} , 1505cm^{-1} , 1475cm^{-1} , 1420cm^{-1} , 1350cm^{-1} , 1285cm^{-1} , 1230cm^{-1} , 1105cm^{-1} 及び 860cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融 点 54~59°C (第1法)

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

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

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

乾燥減量 0.1%以下 (1g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)

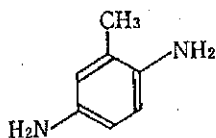
強熱残分 0.1%以下 (第 1 法, 1g)

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

0.1mol/L ナトリウムメトキシド液 1mL=28.95mg $C_{12}H_7Cl_5O_2$

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 にフルフラーン・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 $1 \mu\text{L}$ 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 *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 0.9 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)

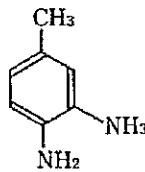
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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 $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2$

トルエン-3,4-ジアミン

Toluene-3,4-diamine



C₇H₁₀N₂:122.17

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

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

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

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

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

融点 88～93°C (第1法)

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

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

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、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)

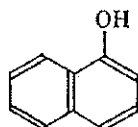
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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 $C_{10}H_8N_2$

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、特異なにおいがある。

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

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

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

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

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

融 点 92～97°C (第1法)

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

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

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

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

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

乾燥減量 1.0%以下 (1g, シリカゲル, 4時間)

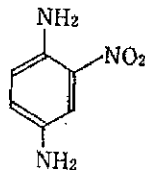
強熱残分 0.3%以下 (第1法, 3g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水 100mL を加え、加温して溶かした後、水を加えて正確に 200mL とする。この液 20mL を正確にヨウ素瓶にとり、0.05mol/L 臭素液 25mL を正確に加えた後、塩酸 5 mL を加え、密栓して遮光し、30 分間時々振り混ぜて放置する。次に、ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20mL を加えて振り混ぜた後、クロロホルム 1 mL を加えてよく振り混ぜ、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

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

ニトロパラフェニレンジアミン

Nitro-*p*-phenylenediamine



$C_6H_7N_3O_2$:153.14

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

性状 本品は、赤褐色～黒褐色、又は帯緑黒褐色の粉末、結晶又は粒である。

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

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

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

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

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

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

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

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

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

乾燥減量 1.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

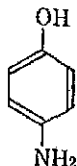
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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

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

パラアミノフェノール

p-Aminophenol



C_6H_7NO :109.13

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

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

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

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

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

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

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

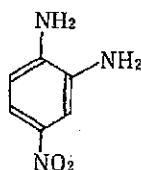
強熱残分 2.5%以下 (第1法, 2g)

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 C_6H_7NO

パラニトロオルトフェニレンジアミン

p-Nitro-*o*-phenylenediamine



C₆H₇N₃O₂:153.14

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 (C₆H₇N₃O₂) 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 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)

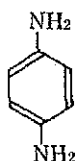
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

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 1mL をとり、水を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 \sim 239nm に吸収の極大を示す。

融 点 136 \sim 144 $^{\circ}$ 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 \sim 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 \sim 3 mL ずつを追加して、液が無色 \sim 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 \sim 3 mL ずつを追加して、液が無色 \sim 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)

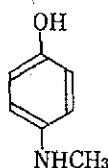
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 2g)

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)

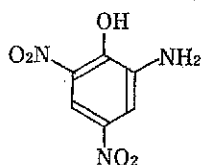
強熱残分 5.0%以下 (第1法, 2g)

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_s 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 $C_6H_4N_3O_5$

ピクラミン酸ナトリウム

Sodium Picramate

$C_6H_4N_3NaO_5$:221.10

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

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

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