

は、黒褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にヘキサヒドロキノアンチモン (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  $\mu$ 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°C 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。

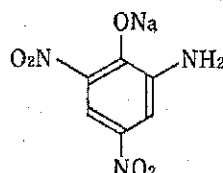
(6) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する  $R_f$  値 0.75 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認めない。

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.

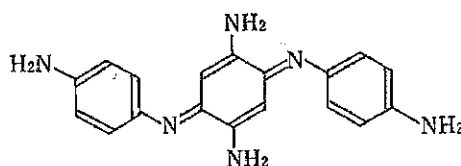
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 7.370mg  $C_6H_4N_3NaO_5$

(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



$C_{18}H_{18}N_6$ :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 5mg 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)

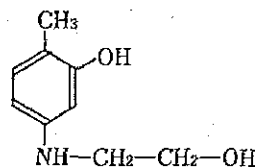
強熱残分 1.0%以下 (第2法, 1g)

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 ( $C_9H_{13}NO_2$ ) 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。

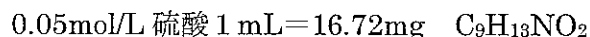
(3) 重金属 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(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

$C_{12}H_{10}N_5NaO_6S$ :375.29

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 ( $C_{12}H_{10}N_5NaO_6S$ ) 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  $R_f$  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°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) 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1mL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ン二ナトリウム・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(Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: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)

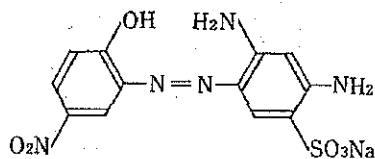
W: 本品採取量(g)

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。

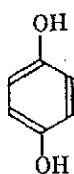
$$0.05\text{mol/L 硫酸 } 1\text{ mL} = 7.506\text{mg } \text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_5\text{NaO}_6\text{S}$$

(参考)



ヒドロキノン

Hydroquinone



C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>: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<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>) 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 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ヒドロキノンと等しい R<sub>f</sub> 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  $\mu$ 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。



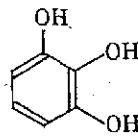
(3) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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)

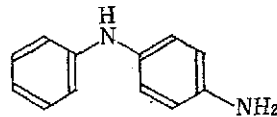
強熱残分 0.3% 以下 (第 1 法, 2g)

(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 滴を加えるとき、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 滴を加えるとき、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  $\mu$ 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<sub>s</sub>* 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°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、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。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 9.212mg  $C_{12}H_{12}N_2$

## 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。

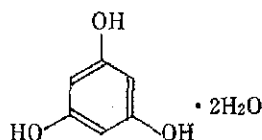
$$\text{フッ化ナトリウム (NaF) の量 (\%)} = I / W \times 17.68$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 ( $\mu$  g)

W : 本品採取量 (g)

## フロログルシン

### Phloroglucin



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 ( $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_3 : 126.11$ ) 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  $\mu\text{L}$  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) タンニン酸 (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。

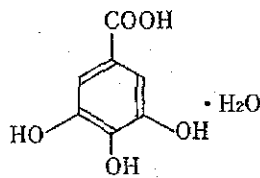
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10 mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下であ

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  $1350\text{cm}^{-1}$ 、 $1250\text{cm}^{-1}$  及び  $1115\text{cm}^{-1}$  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。

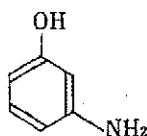
乾燥減量 3.0%以下 (1g, 105°C, 3時間)

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