

「医薬部外品原料規格 2006 について」（平成 18 年 3 月 31 日付け薬食発第 0331030 号厚生労働省医薬食品局長通知）の一部を次のように改正する。

一般試験法の部 8. 液体クロマトグラフ法の条を次のように改める。

8. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーとは、固定相として適当な液体クロマトグラフィー用充てん剤を詰めたカラム中に、移動相として液体を流すことにより、混合物をそれぞれの成分に分離する方法であり、液体試料又は溶媒に可溶性成分に適用でき、確認試験、純度試験及び定量などに用いる。本法は、分離の方法として主として分配クロマトグラフィー、吸着クロマトグラフィー、イオン交換クロマトグラフィー、分子排除クロマトグラフィーが用いられる。イオン交換クロマトグラフィーには専ら陽イオン種、陰イオン種の分析に用いられるイオンクロマトグラフィーを含む。

与えられたカラムに注入された混合物は、各成分に固有の比率 k で、移動相と固定相に分布する。

$$k = \frac{\text{固定相に存在する量}}{\text{移動相に存在する量}}$$

この比率 k は、液体クロマトグラフィーでは質量分布比 k' などと呼ばれる。この比率 k と移動相のカラム通過時間 t_0 ($k=0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間) 及び保持時間 t_R (測定試料の注入時からピークの頂点までの時間) との間には次の関係があるので、同一条件では、保持時間は物質に固有の値となる。

$$t_R = (1+k) \times t_0$$

装 置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム恒温槽を用いる。分離後に特定成分を誘導体化するポストカラム法では、更に、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽を用いる。また、イオン交換クロマトグラフィーでは、更に、サプレッサーなどを用いる。

ポンプは、カラム及び連結チューブなどの中を一定流量で移動相を送液できるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充てん剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充てんしたものである。なお、充てん剤の代わりに固定相を管壁に保持させたものを用いることもできる。検出器は、通例、紫外及び可視の吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計、電気化学検出器、化学発光検出器、電気伝導度検出器及び質量分析計などがあり、移動相とは異なる試料の性質を検出するものであり、数 μg 以下の試料に対して、濃度に比例した信号を出すものである。検出器により得られる信号の強さは、記録装置又はデータ処理装置を用いてクロマトグラム、保持時間又は成分定量値などを記録あるいは出力させることができる。

移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。カラム恒温槽は、カラムを混合物それぞれの成分の分離に必要とされる一定の温度環境下に置くために用いられる。主として恒温で用いるが、昇温分析にも用いられる。反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽は、目的物の選択的あるいは高感度に検出するために、試料を分離後に特定化合物に誘導体化する。化学反応槽内には移動相と反応試薬の混合部位と反応管をもつ。反応試薬送液用ポンプ、化学反応槽内各部の接液部は耐薬品性の材質を用いる。サプレッサーは、イオン交換膜等により移動相から試料イオンとは逆の電荷を持つイオンを除去し、溶離液の電導度を低下させてイオンクロマトグラフィーの検出感度を高める装置である。

操 作 法

装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する条件の検出器、カラム、移動相を用い、移動相を一定流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部より注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録させる。

クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係は、分離度 R_s として次の式で定義される。分離度は、必要ならば各条に規定する。

$$R_s = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{1.70 \times (W_{h2} + W_{h1})}$$

t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間。ただし、 $t_{R1} < t_{R2}$

W_{h1} , W_{h2} : それぞれのピーク高さの midpoint におけるピーク幅

ただし、 t_{R1} , t_{R2} , W_{h1} , W_{h2} は同じ単位を用いる。

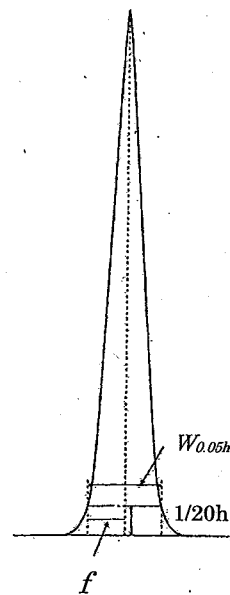
クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すシンメトリー係数 S として次の式で定義される。シンメトリー係数 S は、必要ならば、各条に規定する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2 \times f}$$

$W_{0.05h}$: ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅

f : $W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離

ただし、 $W_{0.05h}$ と f は同じ単位を用いる。



確認試験は、試料と標準試料の保持時間が一致すること又は試料に標準試料を添加しても保持時間が変化せずピーク幅が広がらないことで行う。

純度試験は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う。試料の異性体比は面積百分率法により求める。

面積百分率法 クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な組成比を得るためには、混在物の検出感度に基づくピーク面積の補正を行う。

定量はピーク高さ又はピーク面積を用いて行う。

第 1 法 絶対検量線法

標準被検成分を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積、横軸に標準被検成分量をとって、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。別に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い、被検成分量を求める。この方法は全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。必要ならば、あらかじめ標準溶液の規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムのピークを測定し、その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる。

第 2 法 内標準法

内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する、安定な物質を内標準物質として選ぶ。各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又は内標準物質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。

ピーク測定法

通例、データ処理装置を用いて自動積分法でピーク高さ又はピーク面積として測定する。

注意：標準被検成分、内標準物質、試験に用いる試薬・試液は測定の影響となるピークを認めないものを用いる。

各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、カラム温度、移動相の

組成比及び流量は、規定された溶出順序、分離度、シンメトリー係数及び相対標準偏差（変動係数）が得られる範囲内で一部変更することができる。

一般試験法の部13. ガスクロマトグラフ法の条を次のように改める。

13. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーとは、適当な固定相を用いて作られた分離管（カラム）と、移動相として気体（キャリアーガス）を用い、試料を気体状態で展開させて、それぞれの成分の固定相に対する保持力の差を利用して分離する方法である。本法は、気体、液体又は固体試料に適用でき、確認試験、純度試験又は定量などに用いる。

装 置

通例、キャリアーガス導入部及び流量制御装置、試料導入装置、カラム、カラム恒温槽、検出器及び記録装置からなる。また、高分子試料を扱う際には熱分解用試料導入装置を用いる。

キャリアーガス導入部及び流量制御装置は、キャリアーガスを一定流量でカラムに送るので、通例、調圧弁、流量調節弁及び圧力計などで構成される。試料導入装置は、マイクロシリンジを用いて一定量の試料を正確に再現性よくキャリアーガス流路中に導入するための装置である。通例、カラムには、固定相に適当な粒度の吸着性担体又は適当な粒度の不活性担体を液相で被覆したものを中空管内に充填した分離管（パックドカラム）又は微小径の中空管の内壁に適当な固定相を塗布又は化学結合させた分離管（キャピラリーカラム）を用いる。キャピラリーカラムには、不活性な金属、ガラス又は石英などの中空構造の管が用いられる。カラム恒温槽は、必要な長さのカラムを収容できる体積があり、カラム温度を一定の温度に保つための温度制御機構を持つものである。検出器は、カラムで分離された成分を検出するもので、水素炎イオン化検出器、熱伝導度検出器、アルカリ熱イオン化検出器、炎光光度検出器、質量分析計、光イオン化検出器、電子捕獲検出器などがある。検出器によっては燃焼ガス、助燃ガス及び付加ガスなどの導入装置並びに流量制御装置を必要とするものがある。記録装置は検出器により得られる信号の強さを記録するものである。

なお、キャピラリーカラムを用いるときは試料導入装置に分割導入（スプリット）方式及び非分割導入（全量注入、スプリットレス）方式がある。気体試料を扱う際にはヘッドスペース用試料導入装置、濃縮再加熱導入装置等も用いる。

操 作 法

別に規定するもののほか、次の方法により、装置をあらかじめ調整した後、各条に規定する操作条件の検出器、カラム及びキャリアーガスを用い、キャリアーガスを一定流量で流し、カラムを規定の温度で平衡にした後、各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を試料導入装置を用いて系内に注入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置を用いてクロマトグラムとして記録する。

確認試験及び純度試験

確認試験は、試料の被検成分と標準被検成分の保持時間が一致すること又は試料に標準被検成分を添加しても、試料の被検成分のピークの形状が崩れないことによって確認を行う。

純度試験は、通例、試料中の混在物の限度に対応する濃度の標準溶液を用いる方法又は面積百分率法により試験を行う。別に規定するもののほか、試料の異性体比は面積百分率法により求める。面積百分率法は、クロマトグラム上に得られた各成分のピーク面積の総和を100とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。(注1)

定量法

通例、内標準法によるが、適当な内標準物質が得られない場合は絶対検量線法による。定量結果に対して被検成分以外の成分の影響が無視できない場合は標準添加法による。

(1) 内標準法 内標準法においては、一般に、被検成分になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質として選ぶ。原料各条に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検試料を段階的に加えて数種の標準溶液を調製する。この一定量ずつを注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。

次に、各条に規定する方法で同量の内標準物質を加えた試料溶液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録し、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で測定を行い被検成分量を求める。(注2)

(2) 絶対検量線法 標準被検試料を段階的にとり、標準溶液を調製し、この一定量ずつを正確に再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから縦軸に標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ、横軸に標準被検成分量をとって、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、各条に規定する方法で試料溶液を調製する。次に検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録し、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。

各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準溶液及びこれに近い濃度の試料溶液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で測定を行い被検成分量を求める。この方法は、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。(注3)

(3) 標準添加法 試料溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの1個を除き、採取した液に、被検成分の標準溶液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ試料溶液とする。この液の一定量ずつを正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積又はピーク高さを求める。それぞれの試料溶液に、加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に標準溶液の添加による被検成分の増加量、縦軸に面積又は高さをとって、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原

点との距離から被検成分量を求める。なお、内標準物質を加えて、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求めて、同様に操作して被検成分量を求める方法もある。(注4)

(4) 面積百分率法 クロマトグラムから得られた各成分のピーク面積の総和を100とし、それに対するそれぞれの成分のピーク面積の比から組成比を求める。ただし、正確な定量値を得るためには、検出器の感度に基づく各成分のピーク面積の補正を行う必要がある。また、各条には計算対象となるピークの溶出時間帯、最小面積等を記載することが望ましい。

ピーク測定法

通例、データ処理装置を用いて自動積分法でピーク高さ又はピーク面積として測定する。

注意：標準被検試料、内標準物質、試験に用いる試薬・試液は測定の影響となる物質を含まないものを用いる。

なお、各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充てん剤の粒径、固定相の濃度、カラム温度、キャリアーガスの流量は、規定された流出順序、分離度、シンメトリー係数(注5)及び相対標準偏差(変動係数)が得られる範囲内で一部変更することができる。またヘッドスペース用試料導入装置及びその操作条件は、規定の方法以上の精度が得られる範囲内で変更することができる。

(注1) 正確な組成比を得るためには、混在物の検出感度に基づくピーク面積の補正を行うとよい。また、算定対象となるクロマトグラム上のピークの要件(保持時間、最小ピーク面積、検出感度等)の詳細を各条に記載することが望ましい。

(注2) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。

(注3) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。

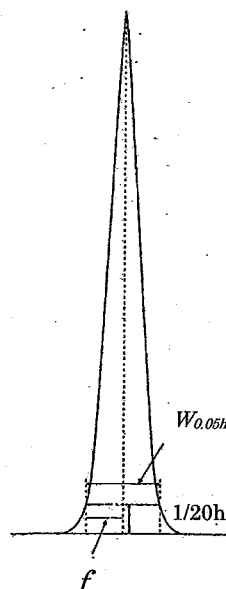
(注4) 通例、標準溶液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積又はピーク高さあるいはそれらの内標準物質との比を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめることが望ましい。なお、本法は、絶対検量線法あるいは内標準法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が、原点を通る直線であるときに正確な値が得られる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行うことが望ましい。

(注5) クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので、シンメトリー係数 S として次の式で定義される。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2 \times f}$$

$W_{0.05h}$: ピークの基線からピーク高さの 1/20 の高さにおけるピーク幅

f : $W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立ち上がり側の距離. ただし, $W_{0.05h}$ と f は同じ単位を用いる.



一般試験法の部 5 4. 薄層クロマトグラフ法の条を次のように改める。

5 4. 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーとは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相（展開溶媒）で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認試験、純度試験又は定量などに用いる。

薄層の種類

一般に、固定相はシリカゲルを用いるが、このほかアルミナ、セルロース、ケイソウ土、ケイ酸マグネシウム、ポリアミド、オクタデシルシリル化シリカゲルなども使用される。更にこれらに蛍光指示薬を混入させて使用することもある。支持体には、通常ガラスが用いられるが、適当なプラスチックを用いることもできる。

薄層板は湿気を避けて保存する。活性が低下した場合には、105～120℃の間の一定温度で1時間程度加熱、乾燥した後、乾燥剤を入れた気密容器内で冷却して使用する。

操作法

別に規定するもののほか、あらかじめ展開用容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で潤し、更に展開溶媒を約 10mm の深さに入れ、展開用容器を密閉し、常温で約 1 時間放置しておく。

薄層板の下端から約 20mm の高さの位置を原線とし、左右両側から少なくとも 10mm 以上離し、原線上に各条に規定する量の試料溶液又は標準溶液を、マイクロピペットまたは毛细管などを用いて、約 10mm 以上の適当な間隔でできるだけ小さな円形状（直径 2～6 mm）にスポットし、風乾する。試料及び標準物質の溶媒には対象成分が溶解でき、かつ揮発性が高い溶媒が望ましい。先の展開用容器に、試料等をスポットした薄層を器壁に触れないよう

に入れ、容器を密閉し、常温で展開を行う。

展開溶媒の先端が原線から 100mm の距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付け、風乾する。各条に規定する方法によって、それぞれのスポットの位置及び色などを調べる。色を調べる場合には、自然光下で、必要ならば、紫外線（主波長 254nm）下で比較観察する。物質の移動比 Rf 値又は R_s 値は次の式によって求める。

$$Rf = \frac{\text{原線からスポットの中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

$$R_s = \frac{\text{原線から試料溶液のスポットの中心まで距離}}{\text{原線から標準溶液のスポットの中心までの距離}}$$

確認試験

別に規定するもののほか、物質の確認は、 Rf 値の場合には、同時に展開した標準物質と試料のスポットの Rf 値の一致及び色調の一致により行い、 R_s 値の場合には、同時に展開した標準物質と試料のスポットから求めた R_s 値と各条の R_s 値との一致及び色調の一致により行う。

定 量

展開後分離した物質を薄層とともに薄層板からかきとり、適当な溶媒で抽出した後、吸光度測定法などの適当な方法で定量する。あるいは、かきとらずにスポットの面積の比較、又はデントメーターなどを利用してスポットの強さを比較し定量する。各条において、スポットを適当な方法で呈色した後、比較する場合には、できるだけ均一に指示薬を塗布して、塗りむらがないように注意する。

一般試験法の部 5 7. 比旋光度測定法の条を次のように改める。

5 7. 旋光度測定法

旋光度測定法とは、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

旋光度は、光学的活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度である。旋光度は旋光度の能力を示す量であり、溶液の濃度と層長とに比例し、また、温度と波長との影響をうける。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあって、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ、記号+又は-をつけて示す。例えば、 $+20^\circ$ は右に 20° 、 -20° は左に 20° 回転することを意味する。

旋光度 α_x^t とは、特定の単色光 X（波長又は名称で記載する）を用い、温度 $t^\circ\text{C}$ で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、別に規定するもののほか、温度は 20°C 、層長は 100mm、光線はナトリウムスペクトルの D 線で行う。

旋光度は、 $[\alpha]_x^t$ で表し、次の式で計算される。

$$[\alpha]_x^t = \frac{100\alpha}{l \times c}$$

t : 測定時の温度

x : 用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称 (ナトリウムスペクトルの D 線を用いたときは, D と記載する.)

α : 偏光面を回転した角度

l : 試料の層長, すなわち, 測定に用いた測定管の長さ (mm)

c : 試料溶液 1 mL 中に存在する試料の g 数, 試料が液状の場合でそのまま用いたときは, その比重

操 作 法

別に規定するもののほか, 光線は, ナトリウムスペクトルの D 線を用い, 温度 20°C で旋光計を用いて測定する。

各条で, 例えば, $[\alpha]_D^{20}$: +52.2~+52.5° (乾燥後, 10g, アンモニア試液 0.2mL 及び水 100mL, 200mm) とは, 本品を乾燥減量の項で規定する条件で乾燥し, その約 10g を精密に量り, アンモニア試液 0.2mL 及び水を加えて溶かし, 正確に 100mL とし, この液について層長 200mm で測定するとき, 旋光度が +52.2~+52.5° であることを示す。

一般試験法の部 6 1. フッ素試験法の条第 2 法 (イオン電極法) の項を次のように改める。

6 1. フッ素試験法

第 2 法 (イオン電極法)

装 置

フッ素イオン電極と高入力抵抗電圧計 (0.1mV 単位まで読みとり可能なもの) からなる。

操作方法

(1) フッ素標準溶液の調製 フッ素標準原液を各条で規定する操作に従い処理し, 規定の緩衝液で希釈して複数の濃度水準のフッ素標準溶液とする。

(2) 試料溶液の調製 試料を各条の規定する方法に従い処理し, 各条の規定する緩衝液で希釈し試料溶液とする。

(3) 定量操作 フッ素標準溶液 20mL ずつをそれぞれのプラスチック製ビーカーに量り, 気泡が混入しないようにかき混ぜながら, 電極を浸し, 電位を読みとる。この操作を数回行い, 各濃度での電位が安定したら, その電位を最終値とする。片対数方眼紙の対数軸にフッ素濃度 (ppm) をとり, 均等軸に電位をとる。フッ素標準溶液のそれぞれの濃度と読みとった電位とをプロットし, 検量線を作成する。検量線は使用の都度作成する。

試料溶液 20mL について, 電極を浸し, 気泡が混入しないようにかき混ぜながら, 電位が安定した時点で読みとり, 検量線から試料溶液のフッ素濃度を求める。

一般試験法の部70. 融点測定法の条第4法の項の次に次の一項を加える。

70. 融点測定法

第5法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し、これを泡が入らないように注意しながら両端の開いた長さ約120mmの毛細管中に吸い上げ、約10mmの高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、毛細管を少し傾げるか、もしくは加温して上昇させて試料をずらした後に小炎で毛細管の一端を封じた後、試料を封じた一端にもどす（固化してしまう試料は適度に加温して一端に戻す）。10℃以下で24時間放置するか、又は少なくとも2時間以上氷冷した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計（浸線付き又は全没式）に取付け、水を入れた250mLのビーカーに入れ、試料の上端を水面下10mmの位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想した融点より5℃低い温度に達したとき、1分間に1℃上がるように加温を続ける。試料が透明になり濁りを認めなくなったときの温度を融点とする。

一般試験法の部79. 試薬・試液の条エタノールの項を次のように改める。
エタノール エタノール(95)を見よ。

一般試験法の部79. 試薬・試液の条エタノールの項の次に次の一項を加える。
エタノール (95) C_2H_5OH [K8102, エチルアルコール, 特級]

一般試験法の部79. 試薬・試液の条クリスタルバイオレットの項の次に次の一項を加える。
クリスタルバイオレット・酢酸(100)試液 クリスタルバイオレット 50mg を酢酸(100)100mLに溶かす。

一般試験法の部79. 試薬・試液の条クリスタルバイオレット・氷酢酸試液の項を次のように改める。
クリスタルバイオレット・氷酢酸試液 クリスタルバイオレット・酢酸(100)試液を見よ。

一般試験法の部79. 試薬・試液の条コンゴレッド試液の項の次に次の一項を加える。
酢酸 (100) CH_3COOH [K8355, 酢酸, 特級]

一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条酢酸, 氷の項を次のように改める。
酢酸, 氷 酢酸 (100) を見よ。

一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条重クロム酸カリウムの項を次のように改める。
重クロム酸カリウム 二クロム酸カリウムを見よ。

一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条重クロム酸カリウム試液の項を次のように改める。
重クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム試液を見よ。

一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条硝酸二アンモニウムセリウム (IV) の項の次に次の二項を加える。

硝酸パラジウム $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ [K9069 : 1957]

硝酸パラジウム試液 硝酸パラジウム 0.108g に硝酸 (1 → 2) 10mL を加え; 水を加えて正確に 500mL とする。この溶液 20mL を正確にとり, 水を加えて正確に 200mL とする。

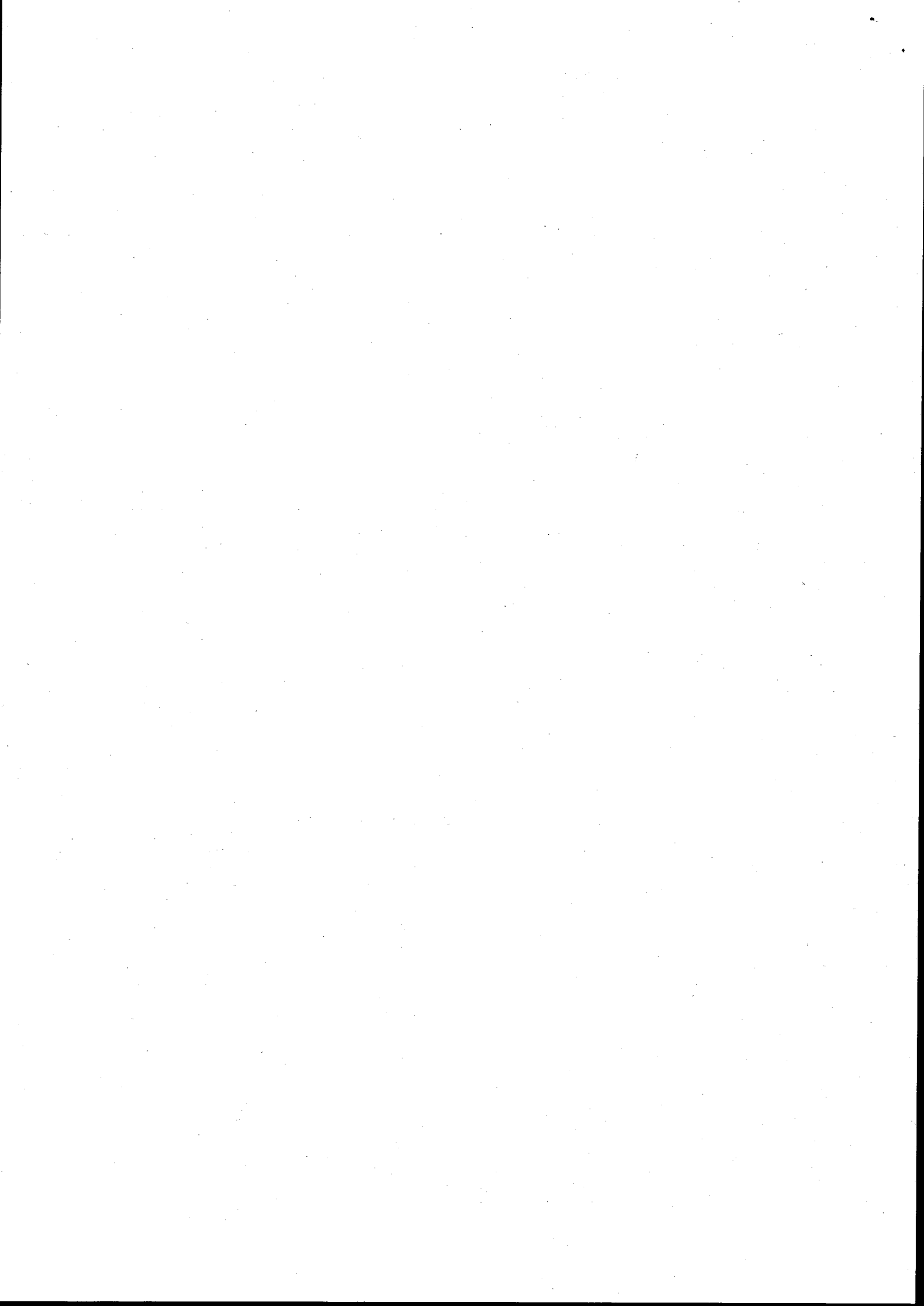
一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条鉛試験法用クエン酸アンモニウム試液の項の次に次の二項を加える。

二クロム酸カリウム $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ [K8517, 二クロム酸カリウム, 特級]

二クロム酸カリウム試液 二クロム酸カリウム 7.5g に水を加えて溶かし, 100mL とする。

一般試験法の部 7 9. 試薬・試液の条レゾルシン試液の項の次に次の一項を加える。

ろ紙繊維 無灰ろ紙を細かくちぎり, 小型の三角フラスコに入れ, 水を少量加えて栓をし, 激しく振り混ぜるか, あるいは加熱, 沸騰させてかゆ状にする。一回の使用量はろ紙 (5種A, 15cm) 1枚の4分の1程度。



[別記 I]

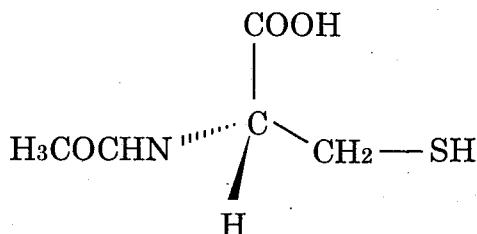
医薬部外品原料規格各条別記 I の部を次のように改める。

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)

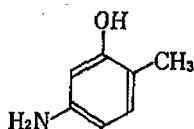
強熱残分 0.20%以下 (第 1 法, 2g)

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 にフルフルール・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 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)

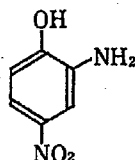
定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を

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、わずかに特異なにおいがある。

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。

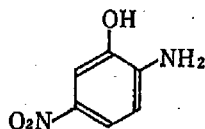
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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_f 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_f 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。

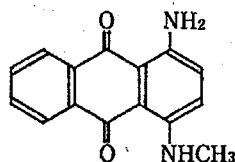
乾燥減量 1.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

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。

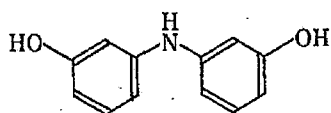
0.05mol/L 硫酸 1 mL=12.61mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

(参考)



3,3'-イミノジフェノール

3,3'-Iminodiphenol



$C_{12}H_{11}NO_2$: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 2mL を加えて溶かすとき、液は、緑色を呈し、次いで水 5mL 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) 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 *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 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 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)

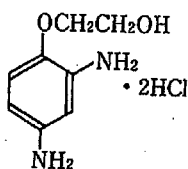
強熱残分 2.0%以下 (第 1 法, 2g)

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。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 20.12mg $C_{12}H_{11}NO_2$

塩酸 2,4-ジアミノフェノキシエタノール

2,4-Diaminophenoxyethanol Hydrochloride



$C_8H_{12}N_2O_2 \cdot 2HCl: 241.11$

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 ($C_8H_{12}N_2O_2 \cdot 2HCl$) 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 にフルフラール・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°C 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°C, 2 時間)

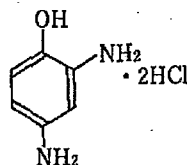
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g 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°C 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°C, 2 時間)

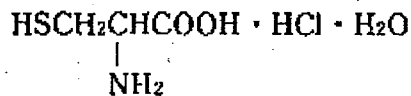
強熱残分 0.2% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.18g 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)

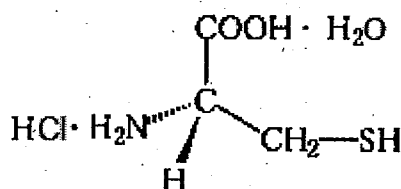
強熱残分 0.10% 以下 (第 1 法, 2g)

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



$C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$: 175.63

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、特異なにおいがある。

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)

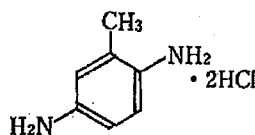
強熱残分 0.10%以下 (第 1 法, 2g)

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_f 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°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 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 0.9 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°C, 2 時間)

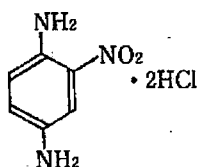
強熱残分 1.5% 以下 (第 1 法, 2g)

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_f 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、ジ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)

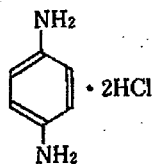
強熱残分 5.0%以下 (第 1 法, 2 g)

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 = 7.535mg $C_6H_7N_3O_2 \cdot 2HCl$

塩酸パラフェニレンジアミン

p-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、塩酸パラ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 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～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)

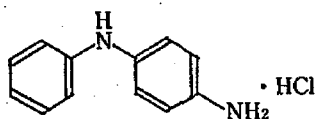
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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。

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 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 0.8 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_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°C, 2 時間)

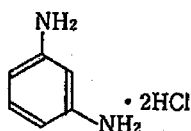
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 1g)

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 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。

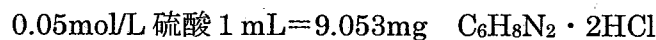
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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)

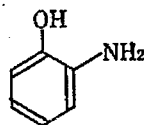
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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 $^{\circ}$ 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_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、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。

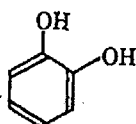
(6) ヒ素 本品 1.0g をとり、亜硫酸水約 17mL を加え、水浴上で加熱し、ほとんど蒸発乾固した後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

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 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 0.20 g 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。

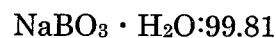
$$\frac{\text{過酸化ナトリウム及びホウ酸ナトリウム } (\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 : 201.22 \text{ として}) \text{ の含有率}(\%)}{100} = \frac{[\text{1mol/L 塩酸の滴定量}(\text{mL}) \times 10.061] - [65.39 \times \text{過ホウ酸ナトリウム}(\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}) \text{ の定量値}(\%)]}{\text{本品採取量}(\text{g})}$$

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。



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