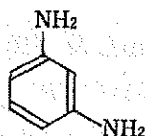


アミノフェノールと等しい  $R_f$  値に単一の黄色のスポット以外のスポットを認めない。  
乾燥減量 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4時間)  
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 2g)  
定量法 本品を乾燥し, その約 0.19g を精密に量り, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 10.91mg  $C_6H_7NO$

## メタフェニレンジアミン

*m*-Phenylenediamine



$C_6H_8N_2$ :108.14

本品を乾燥したものは, 定量するとき, メタフェニレンジアミン ( $C_6H_8N_2$ ) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 褐色, 又は帯青黒褐色~黒褐色の結晶又は固体で, わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後, ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき, 液は, 淡黒紫色を呈し, これを加熱するとき, 液の色は, 灰緑色~灰緑褐色に変わり, 沈殿を生じる。

(2) (1) のろ液 3 mL にフルフルール・酢酸試液 4 滴を加えるとき, 液は, 帯黄赤色~黄褐色を呈し, 混濁する。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後, 更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし, イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 $\rightarrow$ 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 0.025g に水 100mL を加えて溶かし, 必要ならばろ過し, その液 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 285~289nm に吸収の極大を示す。

融 点 57~65°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、黒褐色を呈し、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つづける。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 0.5%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 0.10g 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  $C_2H_7NO$

## モノエタノールアミン

Monoethanolamine

エタノールアミン

Ethanolamine

$C_2H_7NO$ :61.08

本品は、定量するとき、モノエタノールアミン ( $C_2H_7NO$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色~微黄色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 mL を静かに加熱するとき、発生するガスは、潤したリトマス紙を青変する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 1 mL にペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 1 滴及びアセトン 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤紫色を呈する。

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.451~1.457

比重  $d_{20}^{20}$  : 1.014~1.021 (第 1 法)

純度試験 (1) 溶状 本品 5.0g に水を加えて 20mL とした液は、澄明である。

(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 0.40g 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、5 ppm 以下である。

水分 0.5%以下 (1g)

強熱残分 0.01%以下 (第 2 法, 10g)

定量法 本品約 1g を精密に量り、水 30mL を加えて振り混ぜた後、0.5mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 : プロモクレゾールグリーン試液 3 滴)。

0.5mol/L 塩酸 1 mL = 30.54mg  $C_2H_7NO$

## モノフルオロリン酸ナトリウム

Sodium Monofluorophosphate

$Na_2FPO_3$  : 143.95

本品を乾燥したものは定量するとき、モノフルオロリン酸ナトリウム ( $Na_2FPO_3$ ) 90.0% 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) 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→100) 2 mL に過塩素酸銀溶液 (2→5) 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 2 mL に薄めた硫酸 (1→2) 0.5mL を加え、よく振り混ぜる。水浴中で 10 分間加熱し、冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) で中和し、pH5.2 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL 及びランタン・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。

pH 本品 2.0g をとり、水を加えて溶かし、100mL とした液の pH は 6.2~7.8 である。

純度試験 (1) フッ化ナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.7g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 20mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とす

る。この液 5 mL を正確に量り、pH5.3 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、pH5.3 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、pH5.3 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) を求めるとき、フッ化ナトリウムは 3% 以下である。

$$\text{フッ化ナトリウム (NaF) の量 (\%)} = I / W \times 0.8840$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 ( $\mu\text{g}$ )

W : 本品採取量 (g)

なお、試料溶液の測定値が、標準溶液の範囲に入らない時は、希釈率を変えて測定を行う。

(2) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、更に希塩酸 5 mL を加え、よくかき混ぜ必要ならばろ過する。この液にアンモニア試液を加えて中和した後 (指示薬: フェノールフタレイン試液)、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 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、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。

(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、酸が出なくなるまで水浴上で蒸発した後、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。

乾燥減量 1.0% 以下 (2 g, 105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 20 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を共栓試験管に正確に量り、栓をして水浴上で 20 分間加熱する。冷後、この液に pH5.3 の酢酸塩緩衝液 15 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフッ素標準原液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 1 mL 及び pH5.3 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、2 mol/L 過塩素酸試液 1 mL 及び pH5.3 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。ここで得たフッ素の量 (I) 及び純度試験 (1) で得たフッ化ナトリウムの量から、モノフルオロリン酸ナトリウムの量を求める。

モノフルオロリン酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{FPO}_3$ ) の量 (%)

$$= 7.576 \times (0.8000 \times I / W - 0.4525 \times \text{NaF})$$

I : 1 mL 当りのフッ素の量 ( $\mu\text{g}$ )

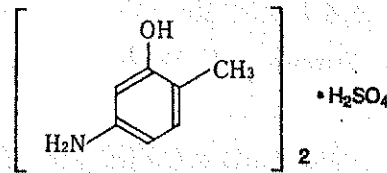
W : 本品採取量 (g)

NaF : フッ化ナトリウムの量 (%)

## 硫酸 5-アミノオルトクレゾール

5-Amino-*o*-cresol Sulfate

硫酸パラアミノオルトクレゾール



$(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ; 344.38

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 5-アミノオルトクレゾール  $[(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色～淡褐色の結晶性の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL 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→200) 5 mL に塩化バリウム試液 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  $\mu\text{L}$  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パラニトロアニリンに対する  $R_f$  値 0.7 付近に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 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 271～275nm に吸収の極大を示す。

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～淡黄褐色を呈し、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

(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、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 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。

(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。

(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ニトロアニリンに対する  $R_f$  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 1.0% 以下 (1g, 105°C, 2 時間)

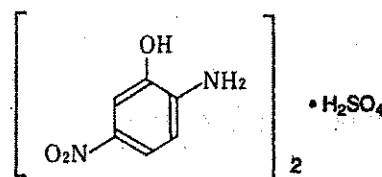
強熱残分 0.2% 以下 (第 1 法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.31g 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 = 17.22mg  $(C_6H_6N_2O_3)_2 \cdot H_2SO_4$

## 硫酸 2-アミノ-5-ニトロフェノール

2-Amino-5-nitrophenol Sulfate



$(C_6H_6N_2O_3)_2 \cdot H_2SO_4: 406.33$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 2-アミノ-5-ニトロフェノール

〔(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>〕 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、帯緑黄褐色の粉末である。

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、黄褐色を呈する。

(2) 本品 0.5g に水 100mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液 5 mL に塩化バリウム試液 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<sub>s</sub>* 値 1.0 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 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 255~259nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g に希塩酸 20mL を加えて溶かすとき、液は、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、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、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、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<sub>s</sub>* 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 5.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

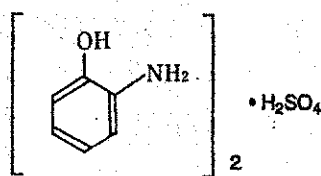
強熱残分 0.2%以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.18g 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 = 10.16mg  $(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

## 硫酸オルトアミノフェノール

*o*-Aminophenol Sulfate



$(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4: 316.33$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸オルトアミノフェノール  $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  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、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 → 100) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、濃褐色～赤紫色を呈し、混濁する。

(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、黄褐色を呈し、徐々に灰黒色に変わり、混濁する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれ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。

(5) 本品 0.05g 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 270 ~ 274nm 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、淡いだいだい色を帯びた褐色を呈し、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、1.0% 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 25mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、80ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 2.0mL をとる。

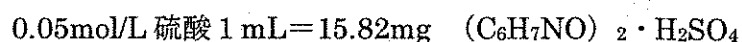
(4) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、残留物を水 10mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(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。

乾燥減量 0.3% 以下 (2g, 105°C, 2 時間)

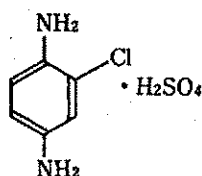
強熱残分 1.0% 以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



## 硫酸オルトクロルパラフェニレンジアミン

*o*-Chloro-*p*-phenylenediamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸オルトクロルパラフェニレンジアミン ( $C_6H_7ClN_2 \cdot H_2SO_4$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、淡紫色～紫色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1g に水 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えて加温するとき、液は、褐紫色を呈する。

(2) (1) のろ液 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、だいたい色を呈する。

(3) (1) のろ液 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.2g に水 1 滴を加えて潤し、炎色反応を行うとき、緑色を呈する。

(5) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 $\rightarrow$ 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 1.8 付近にだいたい色～赤色のスポットを認める。

(6) 本品 0.01g 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 236～240nm 及び 290～294nm に吸収の極大を示す。

**純度試験** (1) 溶状 本品 0.20g に希塩酸 20mL を加えて溶かすとき、液は、暗赤色～淡赤紫色を呈し、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℃で 30 分間乾燥し、質量を精密に量るとき、その限度は、3.0% 以下である。

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

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

をとる。

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

(6) 有機性不純物 確認試験 (5) 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 1.8 付近に単一のだいたい色～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)

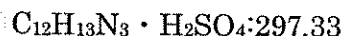
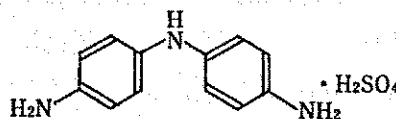
強熱残分 2.0%以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.21g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。



### 硫酸 4,4'-ジアミノジフェニルアミン

#### 4,4'-Diaminodiphenylamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 4,4'-ジアミノジフェニルアミン ( $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、灰色～青紫色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1g に水 100 mL 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、濃赤色を呈する。

(2) (1) のろ液 10 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu\text{L}$  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<sub>s</sub>* 値 1.0 付近に赤褐色～褐色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g に水 250mL 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 283～287nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 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、0.5% 以下である。

(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<sub>s</sub>* 値 1.0 付近に単一の赤褐色～褐色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 10.0% 以下 (1g, 105°C, 2 時間)

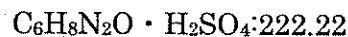
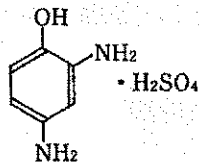
強熱残分 0.5% 以下 (第 2 法, 1g)

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 = 9.911mg  $C_{12}H_{13}N_3 \cdot H_2SO_4$

## 硫酸 2,4-ジアミノフェノール

### 2,4-Diaminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸 2,4-ジアミノフェノール ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、淡紫色の粉末、又は灰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) 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 にブルフラール・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 に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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℃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。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 10.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

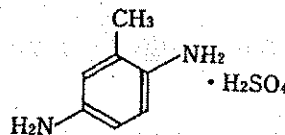
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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 = 11.11mg  $C_6H_8N_2O \cdot H_2SO_4$

### 硫酸トルエン-2,5-ジアミン

Toluene-2,5-diamine Sulfate



$C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$ : 220.25

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸トルエン-2,5-ジアミン ( $C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$ ) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰色～淡赤紫色の結晶性の粉末で、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→100) 10mL に硝酸銀試液 5 滴を加えるとき、液は、赤紫色～紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 3 mL にフルフラル・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は、帯黄赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

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

に対する  $R_f$  値 0.9 付近に黄色～だいたい色のスポットを認める。

(5) 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、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 (4) 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～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 5.0% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

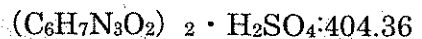
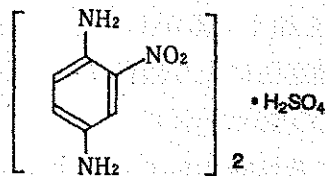
強熱残分 0.3% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.20g 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 = 11.01mg  $C_7H_{10}N_2 \cdot H_2SO_4$

## 硫酸ニトロパラフェニレンジアミン

Nitro-*p*-phenylenediamine Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸ニトロパラフェニレンジアミン〔 $(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ 〕95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～緑黄色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→200)5 mLに塩化バリウム試液5滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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 $R_f$ 値0.7付近に帯赤黄色～黄褐色のスポットを認める。

(3) 本品0.1gに水100 mLを加えて溶かし、その1 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232～236 nmに吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品0.10gに水10 mLを加えて溶かすとき、液は、赤褐色～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(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、1.0%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、50 ppm以下である。ただし、比較液には、鉄標準液2.0 mLをとる。

(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、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、20ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

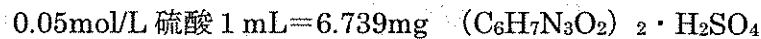
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (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)

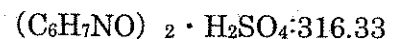
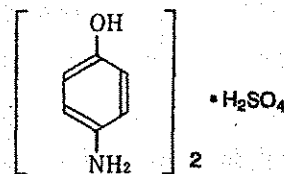
強熱残分 1.0%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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。



## 硫酸パラアミノフェノール

### *p*-Aminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラアミノフェノール  $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡灰褐色の粉末又は結晶である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 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、淡緑色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL 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、青紫色を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(5) 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) 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  $\mu$ 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<sub>F</sub>* 値に黄色のスポットを認める。

(6) 本品 0.05g 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 271~275nm に吸収の極大を示す。

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、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉄標準液 3.0mL をとる。

(4) 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。

(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。

(6) 有機性不純物 確認試験 (5) 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<sub>F</sub>* 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 0.2% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

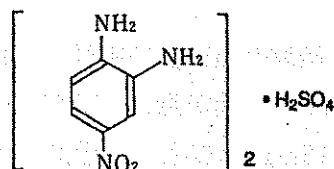
強熱残分 0.2% 以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g 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 = 15.82mg  $(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

## 硫酸パラニトロオルトフェニレンジアミン

*p*-Nitro-*o*-phenylenediamine Sulfate



$(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4: 404.36$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラニトロオルトフェニレンジアミン  $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  97.0%以上を含む。

性状 本品は、黄褐色～灰褐色の粉末である。

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 に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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  $\mu\text{L}$  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～黄色のスポットを認める。

(3) 本品 0.01g に水 100mL を加えて溶かし、その 20mL 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 262～266nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.05g に希塩酸 100mL 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) 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 4) 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 0.40g 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、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 (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 1.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

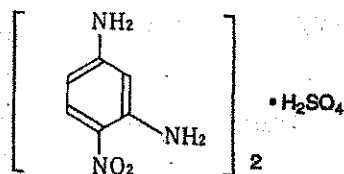
強熱残分 1.0%以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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 = 6.739mg  $(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4$

## 硫酸パラニトロメタフェニレンジアミン

*p*-Nitro-*m*-phenylenediamine Sulfate



$(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4:404.36$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラニトロメタフェニレンジアミン

$[(C_6H_7N_3O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$  95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色～だいたい色の粉末である。

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 に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(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  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 → 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する  $R_f$  値 0.7 付近にだいたい色のスポットを認める。

(3) 本品 0.01g に水 200mL 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 388 ~ 392nm 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、黄褐色を呈し、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、1.0% 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、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。

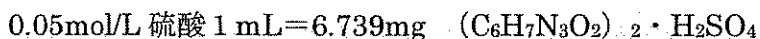
(6) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する  $R_f$  値 0.7 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認

めない。

乾燥減量 5.0%以下 (1.5g, 105°C, 2時間)

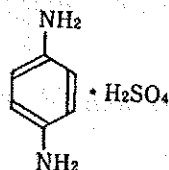
強熱残分 0.1%以下 (第2法, 2g)

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。



## 硫酸パラフェニレンジアミン

### *p*-Phenylenediamine Sulfate



本品を乾燥したものは, 定量するとき, 硫酸パラフェニレンジアミン ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色～淡紫色の粉末である。

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, 緑色～緑褐色を呈し, 混濁し, 銀が析出する。

(2) 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～赤褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後, 更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし, 酢酸エチル/メタノール/水混液 (25 : 5 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき, 薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミンと等しい *R<sub>F</sub>* 値に帯黄赤色のスポットを認める。

(5) 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 232～236nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に希塩酸 30mL を加えて溶かすとき、液は、微褐色又は淡紫色を呈し、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

(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℃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 (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)

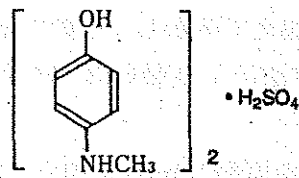
強熱残分 0.3% 以下 (第 1 法, 2g)

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 = 10.31mg  $C_6H_8N_2 \cdot H_2SO_4$

硫酸パラメチルアミノフェノール

*p*-Methylaminophenol Sulfate



$(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4: 344.38$

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸パラメチルアミノフェノール  $[(\text{C}_7\text{H}_9\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡灰白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→200) 10mL に塩化バリウム試液 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  $\mu\text{L}$  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硫酸パラメチルアミノフェノールと等しい *R<sub>F</sub>* 値に黄色のスポットを認める。

(4) 本品 0.05g に水 250mL 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 219～223nm 及び 269～273nm に吸収の極大を示す。

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) 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、0.1% 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



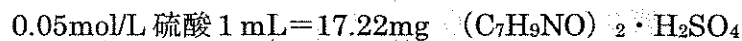
で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、30ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 3.0mL をとる。

(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 1.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

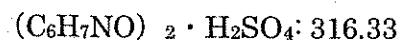
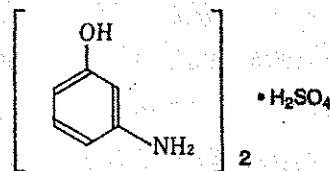
強熱残分 0.5%以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.31g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。



## 硫酸メタアミノフェノール

*m*-Aminophenol Sulfate



本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸メタアミノフェノール  $[(\text{C}_6\text{H}_7\text{NO})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4]$  97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色～灰色の結晶性の粉末又は結晶で、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 に塩化鉄 (III) 試液 5 滴を加えるとき、液は、紫褐色～淡紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mL に希塩酸 2 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 3 mL を加え、更に 2,4-ジニトロフェノール溶液 (1→1000) 0.5mL を加えるとき、液は、だいたい色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、液は、白濁する。

(4) 本品及び薄層クロマトグラフィー用メタ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  $\mu$ L ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル／アセトン／2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1  $\rightarrow$  200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用メタアミノフェノールと等しい *R<sub>f</sub>* 値に黄色のスポットを認める。

(5) 本品 0.05g 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 270~274nm 及び 275~279nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50g に水 50mL を加えて溶かすとき、液は、無色澄明である。

(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。

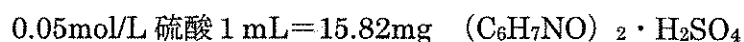
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2~3 mL ずつを追加して、液が無色~微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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メタアミノフェノールと等しい *R<sub>f</sub>* 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 0.2% 以下 (1.5g, 105°C, 2 時間)

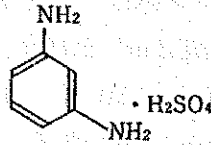
強熱残分 0.2% 以下 (第 2 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28g を精密に量り、窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う。



## 硫酸メタフェニレンジアミン

*m*-Phenylenediamine Sulfate



$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ :206.22

本品を乾燥したものは、定量するとき、硫酸メタフェニレンジアミン ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) 90.0%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→100) 5 mL に硝酸銀試液 5 滴を加えて加熱するとき、液は、淡紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴を加えるとき、液は、赤褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 5 mL に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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  $\mu\text{L}$  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と等しい *R<sub>F</sub>* 値に帯赤黄色～黄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 233～237 nm 及び 283～287 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50 g に希塩酸 1 mL を加えて溶かすとき、液は、わずかにだいたい色を呈し、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、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。

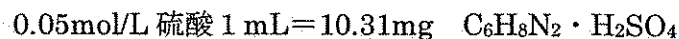
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(6) 有機性不純物 確認試験 (4) 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～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, 2 g)

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。



## 試薬・試液

### 亜鉛粉末(85) Zn

灰色の微細な粉末である。

窒素化合物 (Nとして) 0.025%以下

含量 85.0%以上。

定量法 本品約 0.1g を精密に量り、溶存酸素を含まない水 50mL を加え、約 30 秒間かき混ぜる。これに溶存酸素を含まない硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物溶液(1→5) 25mL を徐々に加え、栓をして完全に溶けるまでかき混ぜる。これに、薄めた硫酸(1→10) 50mL 及び薄めたリン酸(1→2) 10mL 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 1mL=3.270mg Zn

亜鉛末 亜鉛粉末(85)を見よ。

### アニリン試液(2)

アニリン 0.3mL に薄めた酢酸(31)(1→10) 50mL を加えた後、ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液(1→50)の等容量を混合して調製する。

亜硫酸 亜硫酸水を見よ。

### 亜硫酸水 H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>

無色透明の液で、刺激臭がある。密度：約 1.03 g/mL

含量(SO<sub>2</sub>として) 5.0%以上。 定量法 ヨウ素瓶に 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を正確に量り、更に水 10mL を加え、その質量を精密に量る。これに本品 1mL を加えて再び精密に量り、過量のヨウ素を 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 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1mL=3.203mg SO<sub>2</sub>

アンモニア水(28) NH<sub>3</sub> [K 8085, 特級]

エタノール(95) C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH [K 8102, 特級]

エタノール(99.5) C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH [K 8101, 特級]

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O [K 8107, 特級]

エデト酸二ナトリウム エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物を見よ。

### 塩化鉄(Ⅲ)試液

塩化鉄(Ⅲ)六水和物 9g を水に溶かし、100mL とする(0.33mol/L)。

### 塩化鉄(Ⅲ)試液, 希

塩化鉄(Ⅲ)試液 2mL に水を加えて 100mL とする。用時製する。

塩化鉄(Ⅲ)六水和物 FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O [K 8142, 特級]

塩化マグネシウム 塩化マグネシウム六水和物を見よ。

塩化マグネシウム六水和物 MgCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O [K 8159, 特級]

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  [K8201, 塩化ヒドロキシルアンモニウム, 特級]

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム試液

塩酸ヒドロキシアニオンモニウム 20g に水を加えて溶かし, 100mL とする.

塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

白色～淡赤色の結晶性の粉末である.

含量 99.0%以上.

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  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

過塩素酸 (60%)  $\text{HClO}_4$  [K8223, 過塩素酸, 特級, 濃度 60.0 ~ 62.0%]

2 mol/L 過塩素酸試液

過塩素酸 (60%) 100mL に水を加えて 460mL とする.

過酸化水素 (30)  $\text{H}_2\text{O}_2$  [K 8230, 特級, 濃度 30.0 ~ 35.5%]

カテコール, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

白色～淡紫灰色の結晶である.

融点 104 ~ 107°C

含量 99.0%以上.

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  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

カテコール用酢酸鉛試液 酢酸鉛試液, カテコール用を見よ.

希塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 試液, 希を見よ.

ギ酸ナトリウム  $\text{HCOONa}$  [K 8267, 特級]

ギ酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液

ギ酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) の等容量混液を水浴上で蒸発乾固して調製する.

強酸性陽イオン交換樹脂

基準型 (H 型) の粒状のものを用いる.

クエン酸一水和物  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [K 8283, 特級]

酢酸 (100)  $\text{CH}_3\text{COOH}$  [K 8355, 特級]

酢酸 (31) 酢酸 (100) 31.0g に水を加えて 100mL とする (5mol/L).

酢酸ナトリウム三水和物  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8371, 特級]

酢酸鉛 (II) 三水和物  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8374, 特級]

塩酸ヒドロキシアンモニウム  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$  [K8201, 塩化ヒドロキシアンモニウム, 特級]

塩酸ヒドロキシアンモニウム試液

塩酸ヒドロキシアンモニウム 20 g に水を加えて溶かし, 100 mL とする.

塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

白色～淡赤色の結晶性の粉末である.

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し, その約 0.16 g を精密に量り, 窒素定量法 (第 2 法) により試験を行う.

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 9.053 mg  $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$

過塩素酸 (60%)  $\text{HClO}_4$  [K8223, 過塩素酸, 特級, 濃度 60.0 ~ 62.0%]

2 mol/L 過塩素酸試液

過塩素酸 (60%) 100 mL に水を加えて 460 mL とする.

過酸化水素 (30)  $\text{H}_2\text{O}_2$  [K 8230, 特級, 濃度 30.0 ~ 35.5%]

カテコール, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

白色～淡紫灰色の結晶である.

融点 104 ~ 107°C

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 100 mL とする.

この液 20 mL をとり, カテコール用酢酸鉛試液 30 mL 及び水 50 mL を加えて加熱する.

冷後, 水を加えて 200 mL とし, ろ過する. 初めのろ液 20 mL を除き, 次のろ液 100 mL

をとり, 0.05 mol/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.

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 5.506 mg  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$

カテコール用酢酸鉛試液 酢酸鉛試液, カテコール用を見よ.

希塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 試液, 希を見よ.

ギ酸ナトリウム  $\text{HCOONa}$  [K 8267, 特級]

ギ酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液.

ギ酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) の等容量混液を水浴上で蒸発乾固して調製する.

強酸性陽イオン交換樹脂

基準型 (H 型) の粒状のものを用いる.

クエン酸一水和物  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [K 8283, 特級]

酢酸 (100)  $\text{CH}_3\text{COOH}$  [K 8355, 特級]

酢酸 (31) 酢酸 (100) 31.0 g に水を加えて 100 mL とする (5 mol/L).

酢酸ナトリウム三水和物  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8371, 特級]

酢酸鉛 (II) 三水和物  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [K 8374, 特級]





酢酸鉛試液, カテコール用

酢酸鉛 (II) 三水和物 4.2g 及び酢酸ナトリウム三水和物 7g に, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし, 100mL とする. 密栓して保存する.

酸化ランタン (III)  $\text{La}_2\text{O}_3$

白色の結晶である.

強熱減量 0.5%以下 (1g, 1000°C, 1時間)

ジエチルエーテル  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$  [K 8103, 特級]

2,4-ジニトロフェノール  $\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}(\text{NO}_2)_2$

黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 110~114°C

ジフェニルアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}$  [K 8487, 特級]

炭酸ナトリウム十水和物  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [K 8624, 特級]

チオグリコール酸 メルカプト酢酸を見よ.

チモールブルー・N, N-ジメチルホルムアミド試液

チモールブルー0.1g を N, N-ジメチルホルムアミド 100mL に溶かす.

デキストリン デキストリン水和物 を見よ.

デキストリン水和物 [K 8646, 特級]

テトラヒドロキシキノン二ナトリウム  $\text{C}_6\text{H}_2\text{O}_6\text{Na}_2$

暗緑色~黒色の結晶又は粉末である.

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

テトラヒドロキシキノン二ナトリウム 1g に, 105°C で 4 時間乾燥し, デシケーター中で放冷した塩化カリウム 300g を加え, よくすり混ぜ, 遮光した気密容器に保存する.

トランス-1,2 シクロヘキサンジアミン- N,N, N',N'-四酢酸一水和物

$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{N}_2(\text{CH}_2\text{COOH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

白色の粉末である.

$\alpha$ -ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用  
を見よ.

1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用  $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}$  [K 8698, 特級]

1, 2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム  $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{O}_2\text{SO}_3\text{K}$

黄赤色の結晶又は結晶性の粉末である.

ニトロプルシッドナトリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液  
を見よ.

4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート  $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{BF}_4$

淡黄白色の粉末で, においはほとんどない. 希塩酸に溶けやすく, 水に溶けにくく, エタノール (95) 又はクロロホルムに極めて溶けにくい.

融点: 約 148°C (分解).

確認試験 本品の水溶液 (1→1000) 10mL にフェノール溶液 (1→1000) 1mL 及び水酸化ナトリウム試液 1mL を加えるとき, 液は赤色を呈する.

乾燥減量 1.0%以下 (1g, シリカゲル, 2時間).

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 塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用カテコール カテコール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミン ジフェニルアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用 $\alpha$ -ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用1-ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノール パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリン パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミン パラフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ヒドロキノン ヒドロキノン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ピロガロール ピロガロール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用フロログルシン フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用メタアミノフェノール メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

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 硫酸パラメチルアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

パラアミノフェノール 2g に水 100mL を加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約5時間放置する. 析出した結晶をろ取り, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で4時間乾燥する.

白色~淡褐色の結晶である.

融点 185~188°C (第1法)

含量 98.0%以上.

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  $C_6H_7NO$

パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6N_2O_2$

パラニトロアニリン 10g にエタノール (95) 100mL を加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約5時間放置する. 析出した結晶をろ取り, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で2時間乾燥する.

乾燥減量 1.0%以下 (1g, シリカゲル, 2時間).

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 塩酸メタフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用カテコール カテコール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミン ジフェニルアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用 $\alpha$ -ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用1-ナフトール 1-ナフトール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラアミノフェノール パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリン パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用パラフェニレンジアミン パラフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ヒドロキノン ヒドロキノン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用ピロガロール ピロガロール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用フロログルシン フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

薄層クロマトグラフィー用メタアミノフェノール メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

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 硫酸パラメチルアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用を見よ.

パラアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

パラアミノフェノール2gに水100mLを加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約5時間放置する. 析出した結晶をろ取し, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で4時間乾燥する.

白色~淡褐色の結晶である.

融点 185~188°C (第1法)

含量 98.0%以上.

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  $C_6H_7NO$

パラニトロアニリン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6N_2O_2$

パラニトロアニリン 10gにエタノール (95) 100mLを加え, 加温して溶かした後, 温時ろ過し, ろ液を室温に約5時間放置する. 析出した結晶をろ取し, 風乾した後, デシケーター (減圧, シリカゲル) で2時間乾燥する.



黄色の結晶である。

融点 147~150°C (第1法)

含量 99.0%以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12g 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=6.907mg  $C_6H_6N_2O_2$

パラフェニレンジアミン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_8N_2$

白色~淡紫色の結晶である。

融点 140~143°C (第1法)

#### pH5.3 の酢酸塩緩衝液

塩化アンモニウム 16g, 酢酸アンモニウム 23g 及びトランス-1,2 シクロヘキサンジアミン-N,N, N',N'-四酢酸一水和物 0.4g を水に分散して約 80mL とする。この液をかき混ぜながら加温して溶かし、酢酸 (100) を加えて pH5.3 に調整した後、水を加えて 100mL とする。

#### pH5.2 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸ナトリウム 100g に水 200mL を加えて溶かし、これに酢酸 (100) 約 11mL を加えてよく混和した後、酢酸ナトリウム又は酢酸 (100) を加え、pH5.2 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

ヒドロキノン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_4(OH)_2$  [K 8738, 特級]

ピロガロール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_3(OH)_3$  [K 8780, 特級]

1,10-フェナントロリン一水和物  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  [K 8789, 特級]

#### 1,10-フェナントロリン試液 (2)

1,10-フェナントロリン一水和物 0.3g に熱湯を加えて溶かし 100mL とする。

フタル酸水素カリウム  $C_6H_4(COOK)(COOH)$  [K 8809, 特級]

#### フッ素標準原液

フッ化ナトリウム容量分析用標準試薬 (JIS K 8005) を 150°C で 4 時間乾燥し、その 0.221g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000mL とする。プラスチック製容器で保存する。この液 1 mL は、フッ素 (F) 0.1mg を含む。

フルオレセイン  $C_{20}H_{12}O_5$

帯黄赤色の粉末である。

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 1597 $cm^{-1}$ , 1466 $cm^{-1}$ , 1389 $cm^{-1}$ , 1317 $cm^{-1}$ , 1264 $cm^{-1}$ , 1247 $cm^{-1}$ , 1213 $cm^{-1}$ , 1114 $cm^{-1}$  及び 849 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### フルフラール・酢酸試液

フルフラール 100mL に酢酸 (100) 2.5mL を加え、遮光した容器に密栓して保存する。

2-プロパノール  $(CH_3)_2CHOH$  [K 8839, 特級]

ブロモクレゾールグリーン  $C_{21}H_{14}Br_4O_5S$  [K 8840, 特級]

#### ブロモクレゾールグリーン試液

ブロモクレゾールグリーン 0.05g をエタノール (95) 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

ブロモフェノールブルー  $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$  [K 8844, 特級]

ブロモフェノールブルー試液

ブロモフェノールブルー 0.1g を希エタノール 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6O_3 \cdot 2H_2O$

白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 217～219°C (第1法) ただし、105°C で1時間乾燥したものをを用いる。

ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム  $K_3Fe(CN)_5$  [K 8801, 特級]

ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液

ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム 1g を水に溶かし、10mL とする。用時製する (0.3mol/L)。

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム  $K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$

白色の粒又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品 1g に水 100mL を加え、加温して溶かした液 20mL に、塩化ナトリウム試液 0.2mL を加えるとき、白い結晶性の沈殿を生じる。なお、沈殿生成を促すため、ガラス棒で試験管の内壁をこする。

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム 2g に水 100mL を加え、約5分間煮沸した後、速やかに冷却する。この液に水酸化カリウム溶液 (3→20) 10mL を加え、1日放置した後、ろ過する。

ヘキサミン ヘキサメチレンテトラミンを見よ。

ヘキサメチレンテトラミン  $(CH_2)_6N_4$  [K 8847, 特級]

ペルオキソ二硫酸アンモニウム  $(NH_4)_2S_2O_8$  [K 8252, 特級]

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 1g に炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 100mL を加えて溶かし、これに波長約 254nm の紫外線を 15分間照射する。

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物  $Na_2[Fe(CN)_5(NO)] \cdot 2H_2O$  [K 8722, 特級]

マグネシア試液 塩化マグネシウム六水和物 5.5g 及び塩化アンモニウム 7g を水 65mL に溶かし、アンモニア試液 35mL を加え、瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する。液が澄明でないときは使用前にろ過する。

メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

メタアミノフェノール 2g にトルエン 100mL を加え、加温して溶かした後、温時ろ過し、ろ液を室温に約5時間放置する。析出した結晶をろ取り、風乾した後、デシケーター (減圧, シリカゲル) で2時間乾燥する。

淡白色の結晶である。

融点 122～125°C (第1法)

ブロモクレゾールグリーン 0.05g をエタノール (95) 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

ブロモフェノールブルー  $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$  [K 8844, 特級]

ブロモフェノールブルー試液

ブロモフェノールブルー 0.1g を希エタノール 100mL に溶かし、必要ならばろ過する。

フロログルシン, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_6O_3 \cdot 2H_2O$

白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 217～219°C (第1法) ただし、105°C で1時間乾燥したものをを用いる。

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム  $K_3Fe(CN)_5$  [K 8801, 特級]

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 1g を水に溶かし、10mL とする。用時製する (0.3mol/L)。

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム  $K_2H_2Sb_2O_7 \cdot 4H_2O$

白色の粒又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品 1g に水 100mL を加え、加温して溶かした液 20mL に、塩化ナトリウム試液 0.2mL を加えるとき、白い結晶性の沈殿を生じる。なお、沈殿生成を促すため、ガラス棒で試験管の内壁をこする。

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム試液

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム 2g に水 100mL を加え、約5分間煮沸した後、速やかに冷却する。この液に水酸化カリウム溶液 (3→20) 10mL を加え、1日放置した後、ろ過する。

ヘキサミン ヘキサメチレンテトラミンを見よ。

ヘキサメチレンテトラミン  $(CH_2)_6N_4$  [K 8847, 特級]

ペルオキシ二硫酸アンモニウム  $(NH_4)_2S_2O_8$  [K 8252, 特級]

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 1g に炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 100mL を加えて溶かし、これに波長約 254nm の紫外線を 15分間照射する。

ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物  $Na_2[Fe(CN)_5(NO)] \cdot 2H_2O$  [K 8722, 特級]

マグネシア試液 塩化マグネシウム六水和物 5.5g 及び塩化アンモニウム 7g を水 65mL に溶かし、アンモニア試液 35mL を加え、瓶に入れて密栓し数日間放置してろ過する。液が澄明でないときは使用前にろ過する。

メタアミノフェノール, 薄層クロマトグラフィー用  $C_6H_7NO$

メタアミノフェノール 2g にトルエン 100mL を加え、加温して溶かした後、温時ろ過し、ろ液を室温に約5時間放置する。析出した結晶をろ取し、風乾した後、デシケーター (減圧, シリカゲル) で2時間乾燥する。

淡白色の結晶である。

融点 122～125°C (第1法)





含量 99.0%以上.

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  $C_6H_7NO$

メルカプト酢酸  $HSCH_2COOH$  [K 8630, 特級] アンプルに入れ、冷暗所に保存する。

ランタン・アリザリンコンプレキソン試液

酸化ランタン (III) 0.3g を硝酸 0.4mL に加えて溶かす。この液にアリザリンコンプレキソン 0.7g を加えて混ぜる。これに水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 1 mL を加えて溶かす。この液にヘキサミン 16g とフタル酸水素カリウム 23g の混合物を加えて混ぜた後、乾燥し、粉碎する。この混合物 2g をとり水を加えて 100mL とする。

参考 市販のアルフッソン (商品名) を用いる場合は、その 2.5g を水に溶かして 100mL とする。使用時に調製する。この情報は、この規格の利用者の利便を図って記載するもので、この製品を推奨するものではない。

硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物  $FeSO_4(NH_4)_2 \cdot 6H_2O$  [K 8979, 特級]

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液

硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物 8g を水に溶かし、100mL とする。

硫酸アンモニウム鉄 (III) 十二水和物  $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  [K 8982, 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水, 特級]

硫酸第一鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物を見よ。

硫酸鉄 (II) 七水和物  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  [K 8978, 特級]

硫酸銅・アンモニア試液

硫酸銅 (II) 五水和物 0.4g にクエン酸一水和物溶液 (1→5) / アンモニア試液混液 (3:2) 50mL を加えて溶かす。

硫酸銅 (II) 五水和物  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  [K 8983, 特級]

硫酸パラメチルアミノフェノール、薄層クロマトグラフィー用  $(C_7H_9NO)_2 \cdot H_2SO_4$

白色～淡灰白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 99.0%以上.

定量法 本品を乾燥し、その約 0.31g 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=17.22mg  $(C_7H_9NO)_2 \cdot H_2SO_4$

硫酸マンガン 硫酸マンガン (II) 五水和物 を見よ。

硫酸マンガン (II) 五水和物  $MnSO_4 \cdot 5H_2O$  [K 8997, 特級]

硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物  $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 2H_2O$  [K 8977, 特級]

リンモリブデン酸 リンモリブデン酸 n 水和物 を見よ。

リンモリブデン酸試液

リンモリブデン酸 n 水和物 1g に水 10mL を加えて溶かし、更にエタノール (95) を加えて 100mL とする。

リンモリブデン酸 $n$ 水和物  $P_2O_5 \cdot 24MoO_3 \cdot nH_2O$

黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→10) 10mLに、アンモニア試液 0.5mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液 2mLを加えるとき、沈殿は溶ける。更に硝酸(1→2) 5mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→10) 5mLに、アンモニア試液 1mL及びマグネシア試液 1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

リンモリブデン酸 n 水和物  $P_2O_5 \cdot 24MoO_3 \cdot nH_2O$

黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1→10) 10mL に、アンモニア試液 0.5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液 2mL を加えるとき、沈殿は溶ける。更に硝酸 (1→2) 5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5mL に、アンモニア試液 1mL 及びマグネシア試液 1mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。



## 容量分析用標準液

### 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ :372.24) 18.612g を含む。

調製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 19g を水に溶かし、1000mL とし、次の標定を行う。

標定 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110°C で5分間乾燥した後、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、その約 0.8g を精密に量り、希塩酸 12mL 及び臭素試液 5 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200mL とする。この液 20mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) を加えて中性とし、pH10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定し、ファクターを計算する。

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 = 3.271mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

### 0.05mol/L エデト酸二ナトリウム液

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 を見よ。

### 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液

1000mL 中にナトリウムメトキシド ( $CH_3ONa$ :54.02) 5.402g を含む。

調製 金属ナトリウムの新しい切片 2.5g を氷冷したメタノール 150mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、メタノールを加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) 中で 24 時間乾燥し、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、チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。同様の方法で空試験を行って補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 12.212mg  $C_6H_5COOH$

注意 湿気を避けて、冷暗所に保存する。標定は用時行う。

### 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液

1000mL 中硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}; 392.14]$  39.214g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40g を硫酸 30mL 及び水 300mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 25mL を正確に量り、水 25mL 及びリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定し、ファクターを計算する。

注意：用時調製する。

#### 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液

1000mL 中硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物  $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}; 632.55]$  63.26g を含む。

調製 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 64g を 0.5mol/L 硫酸に溶かし、1000mL とし、24 時間放置した後、必要ならばガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 25mL をヨウ素瓶に正確に量り、水 20mL 及び希硫酸 20mL を加え、次にヨウ化カリウム 1g を加えて溶かし、直ちに 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

1000mL 中硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 [ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ :392.14] 39.214g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40g を硫酸 30mL 及び水 300mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 25mL を正確に量り、水 25mL 及びリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定し、ファクターを計算する。

注意：用時調製する。

#### 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 を見よ。

#### 0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液

1000mL 中硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 [ $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ :632.55] 63.26g を含む。

調製 硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物 64g を 0.5mol/L 硫酸に溶かし、1000mL とし、24 時間放置した後、必要ならばガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 液 25mL をヨウ素瓶に正確に量り、水 20mL 及び希硫酸 20mL を加え、次にヨウ化カリウム 1g を加えて溶かし、直ちに 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

