

[別記 I]

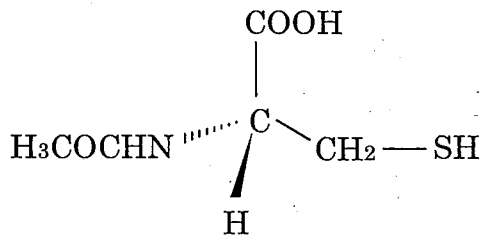
医薬部外品原料規格各条別記 I の部を次のように改める。

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 1.0g 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)

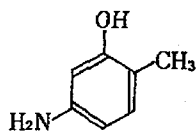
強熱残分 0.20%以下 (第 1 法, 2g)

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 $C_5H_9NO_5S$

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 にフルフラール・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_f 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_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 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)

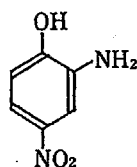
定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を

行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 12.32mg C₇H₉NO

2-アミノ-4-ニトロフェノール

2-Amino-4-nitrophenol



C₆H₆N₂O₃ · 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 (C₆H₆N₂O₃) 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 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 → 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する *R_s* 値 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℃ (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_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 1.5%以下 (1g, シリカゲル, 4 時間)

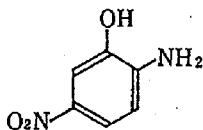
強熱残分 1.0%以下 (第 1 法, 1g)

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、だいだい色～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) 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 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 5 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 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 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_s 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。

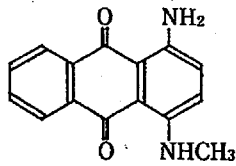
乾燥減量 1.0%以下 (1g, 105°C, 2時間)

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。

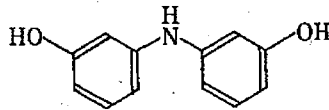
0.05mol/L 硫酸 1 mL=12.61mg $C_{15}H_{12}N_2O_2$

(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)

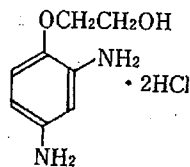
強熱残分 2.0%以下 (第 1 法, 2g)

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)

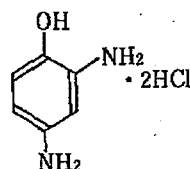
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 2g)

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)

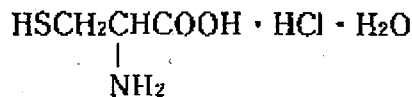
強熱残分 0.2% 以下 (第 1 法, 1g)

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 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)

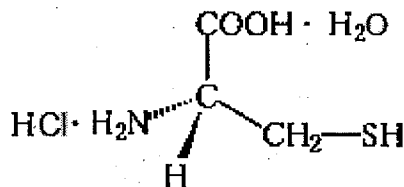
強熱残分 0.10%以下 (第 1 法, 2g)

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



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)

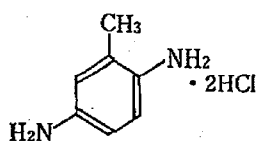
強熱残分 0.10%以下 (第 1 法, 2g)

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)

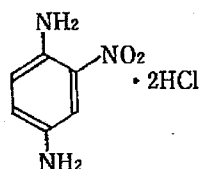
強熱残分 1.5% 以下 (第 1 法, 2g)

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。

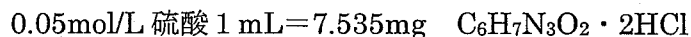
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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～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)

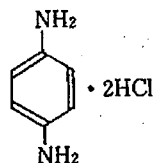
強熱残分 5.0%以下 (第 1 法, 2g)

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。



塩酸パラフェニレンジアミン

p-Phenylenediamine Hydrochloride



$\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}: 181.06$

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

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 μ L ずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25 : 5 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用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、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)

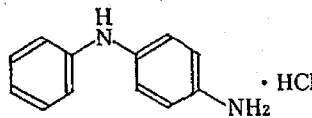
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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℃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℃, 2 時間)

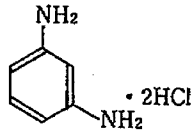
強熱残分 1.0% 以下 (第 1 法, 1g)

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。

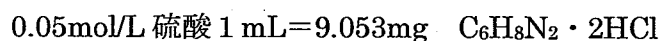
(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

(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)

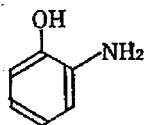
強熱残分 0.2%以下 (第1法, 2g)

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 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル／アセトン／2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 → 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する *R_s* 値 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°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 C₆H₇NO

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、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 量をとる、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 量をとる、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。

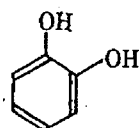
定量法 本品約 1g を精密に量り、水を加え正確に 250mL とする。この液 25mL を正確に

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量をとり、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 0.20g 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。

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) の含有率(%)

$$= \frac{[\text{1mol/L塩酸の滴定量(mL)} \times 10.061]}{\text{本品採取量(g)}} \frac{[65.39 \times \text{過ホウ酸ナトリウム}(\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O})\text{の定量値}(\%)]}{100}$$

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。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 1mL = 7.693mg $\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

過ホウ酸ナトリウム (1 水和物)

Sodium Perborate, Monohydrate

$\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 99.81

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) 5mL 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) 2mL、デキストリン溶液 (1→50) 0.2mL 及び硝酸銀試液 1mL 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

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1.4mL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を取り、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4mLを取り、水を加えて20mL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、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1.25mL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）過酸化ナトリウム及びホウ砂 本品2.0gに新たに煮沸し冷却した水100mLを加えて溶かし、メチルオレンジ試液2滴を加え、1mol/L塩酸で滴定するとき、その消費量は、17.0～22.0mLである。

（5）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。

（6）ヒ素 本品0.20gを取り、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とし、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。

定量法 本品約0.1g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。

0.02mol/L過マンガン酸カリウム液1mL=4.991mg $\text{NaBO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

過硫酸カリウム

Potassium Persulfate

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$:270.32

本品は、定量するとき、過硫酸カリウム（ $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ）95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色～白色の結晶性の粉末である。

確認試験（1）本品0.1gに硫酸マンガン溶液（1→10）10mL、硫酸2mL及び硝酸銀溶液（1→50）2mLを加えて加温するとき、液は、赤紫色を呈する。

（2）本品の水溶液（1→30）は、カリウム塩の定性反応（1）を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 30mL を加えて、加熱して溶かすとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g を白金るつぼにとり、無水炭酸ナトリウム 1g を加えてかき混ぜ、徐々に加熱した後、強熱する。冷後、水 30mL を加えて溶かし、pH 約 4 となるように薄めた硝酸 (1→3) で中和する。これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.01% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g に温水 30mL を加えて溶かし、塩酸 3 mL を加えた後、水浴上で約 5 mL になるまで蒸発濃縮する。冷後、水 10mL を加え、更に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滴加する。これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50mL とする。これを試料溶液として第 4 法により試験を行うとき、その限度は、50ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 5.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 0.50g をとり、第 2 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

定量法 本品約 2g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。この液 50mL を正確にとり、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 50mL を正確に加え、更にリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 1 mL = 13.52mg $K_2S_2O_8$

過硫酸ナトリウム

Sodium Persulfate

$Na_2S_2O_8$:238.10

本品は、定量するとき、過硫酸ナトリウム ($Na_2S_2O_8$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 薄めた硫酸 (1→20) 5 mL に硫酸マンガン溶液 (1→100) 2～3 滴を加え、更に硝酸銀試液 1 滴及び本品 0.2g を加えて加温するとき、液は、紅色を呈する。

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

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0g に水 30mL を加え、加熱して溶かすとき、液は、ほとんど澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0g 及び無水炭酸ナトリウム 1g をるつぼにとり、かき混ぜ、徐々に加熱した後、強熱する。冷後、水 10mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液の紅色が消えるまで希硝酸を加え、更に希硝酸 10mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.009% 以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.25mL をとる。

(3) 重金属 本品 1.0g に温湯 30mL 及び塩酸 3 mL を加え、水浴上で約 5 mL になるまで蒸発した後、水 10mL を加える。次に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滴加した後、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。

(4) ヒ素 本品 0.50g をとり、第 2 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、4 ppm 以下である。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。この液 50mL を正確に量り、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 50mL を正確に加え、更にリン酸 5 mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 液 1 mL = 11.91mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$

乾燥硫酸ナトリウム

Exsiccated Sodium Sulfate

硫酸ナトリウム (乾燥)

$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 142.04$

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸ナトリウム (Na_2SO_4) 99.0% 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→20) は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) は、硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 (1) 溶状及び液性 本品 0.5g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明で、中性である。

(2) 塩化物 本品 0.5g をとり、試験を行うとき、その限度は 0.036% 以下である。ただし、比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.5mL をとる。

(3) 重金属 本品 2.0g をとり、第 1 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、10ppm 以下である。ただし、比較液には、鉛標準液 2.0mL をとる。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 1 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2 ppm 以下である。

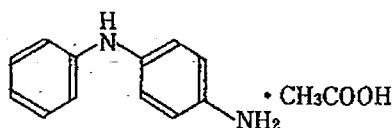
乾燥減量 11.4% 以下 (2g, 105°C, 4 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水 200mL を加えて溶かし、塩酸 1.0mL を加えて煮沸した後、熱時塩化バリウム試液 8 mL を徐々に加える。この液を水浴上で 1 時間加熱し、冷後、沈殿をろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗った後、乾燥し、徐々に温度を上げて 500~600°C で恒量になるまで強熱し、その質量を量り、硫酸バリウム ($\text{BaSO}_4 \cdot 233.39$) の量とする。

硫酸ナトリウム (Na₂SO₄) の量 (mg) = 硫酸バリウム (BaSO₄) の量 (mg) × 0.6086

酢酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン

N-Phenyl-*p*-phenylenediamine Acetate



C₁₂H₁₂N₂ · CH₃COOH:244.29

本品を乾燥したものは、定量するとき、酢酸 N-フェニルパラフェニレンジアミン (C₁₂H₁₂N₂ · CH₃COOH) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、灰紫色～黒紫色の粉末で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.01g に希塩酸 10mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は、赤褐色を呈し、次いで緑褐色に変わる。

(2) 本品 1g に薄めたエタノール (3→10) 100mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL にフルフラール・酢酸試液 4 滴を加えるとき、液は黄色～だいたい色を呈し、混濁する。

(3) 本品 0.2g に薄めた硫酸 (1→2) 1 mL を加えて加温するとき、酢酸ようのにおいを発生する。

(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、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層板にスポットし、イソプロピルエーテル/アセトン/2-プロパノール混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用パラニトロアニリンに対する *R*_s 値 0.8 付近に暗赤色～赤褐色のスポットを認める。

(5) 本品 0.03g にエタノール (95) 200mL を加えて溶かし、その 2 mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 285～289nm に吸収の極大を示す。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10g にメタノール 100mL を加えて溶かすとき、液は、暗青紫色を呈し、澄明である。

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

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3 mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、水 10mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を加える。次いで希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、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_f 値 0.8 付近に単一の暗赤色～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 (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 0.22g 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 = 12.21mg $C_{12}H_{12}N_2 \cdot CH_3COOH$

1,4-ジアミノアントラキノン

1,4-Diaminoanthraquinone

$C_{14}H_{10}N_2O_2$:238.24

本品を乾燥したものは、定量するとき、1,4-ジアミノアントラキノン ($C_{14}H_{10}N_2O_2$) 80.0% 以上を含む。

性状 本品は、紫色～黒紫褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は、赤黄褐色を呈し、次いでアンモニア水 (28) 1 mL を加えるとき、液の色は、赤色に変わる。

(2) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10mL に 1, 2-ナフトキノン-4-スルホン酸カリウム溶液 (1→100) 1 mL を加えるとき、液は、濃赤色を呈する。

(3) 本品の希エタノール溶液 (1→2000) 10mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレートのエタノール (95) 溶液 (1→100) 5 mL を加えるとき、紫褐色～黒色の

沈殿を生じる。

(4) 本品 0.01g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 246~250nm に吸収の極大を示す。

融点 256~270°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.02g にアセトン 20mL を加えて溶かすとき、液は、紫色~濃赤紫色を呈し、ほとんど澄明である。

(2) 鉄 本品 0.10g をとり、硫酸 5 滴を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させた後、更に硫酸で潤し、完全に灰化する。冷後、残留物に塩酸 0.5mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、希塩酸 3 滴を加えて加温し、水を加えて溶かし正確に 50mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10mL を正確にとり、試験を行うとき、その限度は、0.1% 以下である。ただし、比較液には鉄標準液 2.0mL をとる。

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

(4) 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。

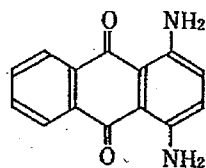
乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

強熱残分 5.0% 以下 (第1法, 1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

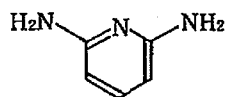
0.05mol/L 硫酸 1 mL = 11.91mg $C_{14}H_{10}N_2O_2$

(参考)



2,6-ジアミノピリジン

2,6-Diaminopyridine



本品を乾燥したものは、定量するとき、2,6-ジアミノピリジン (C₅H₇N₃) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、褐色～黒色の粉末、粒、結晶又は固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→1000) 10mLに塩化鉄 (Ⅲ) 試液/ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液混液 (1:1) 1滴を加えるとき、液は、直ちに濃青色～濃青緑色を呈し、混濁する。

(2) 本品 0.05gにエタノール (95) 100mLを加えて溶かし、その1mLをとり、エタノール (95) を加えて500mLとする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243～247nm 及び 307～311nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンのそれぞれ 0.01gに2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1mLずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1gを加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1μLずつを薄層板にスポットし、酢酸エチル/メタノール/水混液 (25:5:4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1→200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用塩酸メタフェニレンジアミンに対する *R_s* 値 0.7 付近にだいたい色のスポットを認める。

融点 109～122°C (第1法)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10gに薄めた酢酸 (31) (9→50) 100mLを加えて溶かすとき、液は、暗黄緑褐色を呈し、澄明である。

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

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

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

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用塩酸

メタフェニレンジアミンに対する R_f 値 0.7 付近に単一のだいたい色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 2.0%以下 (2g, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 1.5%以下 (第1法, 1g)

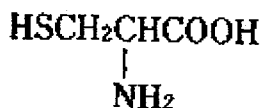
定量法 本品を乾燥し, その約 0.06g を精密に量り, 窒素定量法 (第2法) により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 3.638mg $C_5H_7N_3$

DL-システイン

DL-Cysteine

DL-システイン (2)



$C_3H_7NO_2S$:121.16

本品を乾燥したものは, 定量するとき, DL-システイン ($C_3H_7NO_2S$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 5mL に希ヨウ素試液又は過マンガン酸カリウム試液 1滴を加えるとき, 試液の色は, 直ちに消える。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 10mL に水酸化ナトリウム試液 2mL 及びペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 2滴を加えるとき, 液は, 赤紫色を呈する。

(3) 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (2→25) は旋光性を示さない。

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

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

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

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

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

(5) 鉄 本品2.0gに水15mLを加えて溶かし、更に希硝酸5mL、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.05g及び水を加えて25mLとする。これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、3ppm以下である。ただし、比較液には、鉄標準液0.60mLをとる。

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

(7) シスチン 本品1.2gにメタノール15mL及び塩酸0.8mLを加えて溶かし、ピリジン10mLを加え、2分間激しく振り混ぜ、10分間放置した後、手早く水を加えて50mLとし、1分間放置するとき、液は、澄明である。

乾燥減量 0.5%以下 (0.5g, 減圧・1.34kPa以下, シリカゲル, 24時間)

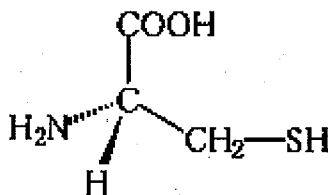
強熱残分 0.05%以下 (第1法, 2g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム試液25mL及び希塩酸5mLを加え、振り混ぜて溶かす。これに0.05mol/Lヨウ素液25mLを正確に加え、密栓し、氷水中で20分間暗所に放置した後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液3mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/Lヨウ素液1mL=12.12mg $C_3H_7NO_2S$

L-システイン

L-Cysteine



$C_3H_7NO_2S$:121.16

本品を乾燥したものは、定量するとき、L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがある。

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

る。

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

(3) 本品の水溶液 (1→1000) 5mL にピリジン 0.5mL 及びニンヒドリン溶液 (1→100)
1mL を加えて 3 分間加熱するとき, 液は, 紫色～紫褐色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +7.0~+9.5° (乾燥後, 8g, 1 mol/L 塩酸, 100mL)

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

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

(3) 硫酸塩 本品 0.80g に希塩酸 3mL 及び水 2mL を加えて溶かし, 水を加えて 50mL
とする。これを試料溶液として試験を行うとき, その限度は, 0.030% 以下である。ただし,
比較液には, 0.005mol/L 硫酸 0.50mL をとる。

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

(5) 鉄 本品 2.0g に水 15mL を加えて溶かし, 更に希硝酸 5mL, ペルオキシ二硫酸ア
ンモニウム 0.05g 及び水を加えて 25mL とする。これを試料溶液として試験を行うとき,
その限度は, 3ppm 以下である。ただし, 比較液には, 鉄標準液 0.60mL をとる。

(6) ヒ素 本品 1.0g をとり, 第 3 法により試料溶液を調製し, 試験を行うとき, その限
度は, 2ppm 以下である。

(7) シスチン 本品 1.2g にメタノール 15mL 及び塩酸 0.8mL を加えて溶かし, ピリジ
ン 10mL を加え, 2 分間激しく振り混ぜ, 10 分間放置した後, 手早く水を加えて 50mL と
し, 1 分間放置するとき, 液は, 澄明である。

乾燥減量 0.5% 以下 (0.5g, 減圧・1.34kPa 以下, シリカゲル, 24 時間)

強熱残分 0.05% 以下 (第 1 法, 2g)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 共栓フラスコに入れ, ヨウ化カリウム
試液 25mL 及び希塩酸 5mL を加え, 振り混ぜて溶かす。これに 0.05mol/L ヨウ素液 25mL
を正確に加え, 密栓し, 氷水中で 20 分間暗所に放置した後, 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウ
ム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1 mL = 12.12mg $C_3H_7NO_2S$

1,5-ジヒドロキシナフタレン

1,5-Dihydroxynaphthalene

本品は、主として1,5-ジヒドロキシナフタレン ($C_{10}H_8O_2$: 160.17) からなる。

性状 本品は、淡褐色又は灰褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→1000) 10mL に塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は、緑褐色を呈する。

(2) 本品及び薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9:3:1) 1mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (2:1:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板にリンモリブデン酸試液を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールに対する R_f 値 0.6 付近に灰青色～青色のスポットを認める。

(3) 本品 0.02g にエタノール (95) 100mL を加えて溶かし、その 10mL をとり、エタノール (95) を加えて 100mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 297～301nm, 315～319nm 及び 329～333nm に吸収の極大を示す。

融点 251～261°C (第1法)

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

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

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

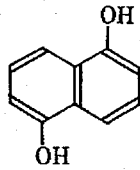
(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、硫酸 2mL 及び硝酸 5mL を加えて静かに加熱する。更に時々、硝酸 2～3mL ずつを追加して、液が無色～微黄色になるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 10mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) 有機性不純物 確認試験 (2) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用 1-ナフトールに対する R_f 値 0.6 付近に単一の灰青色～青色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0% 以下 (1g, 105°C, 2時間)

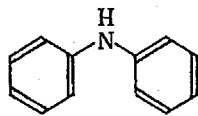
強熱残分 2.0% 以下 (第1法, 1g)

(参考)



ジフェニルアミン

Diphenylamine



$C_{12}H_{11}N$:169.22

本品を乾燥したものは、定量するとき、ジフェニルアミン ($C_{12}H_{11}N$) 97.0%以上を含む。
性 状 本品は、白色又は淡褐色～淡黄褐色の粉末又は固体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.01g に塩酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、硝酸 1 滴を加えるとき、液は、深青色を呈する。

(2) 本品 0.01g に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は、わずかに黄緑色を呈し、更に亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を滴加するとき、液の色は、濃青色に変わる。

(3) 本品及び薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンのそれぞれ 0.01g に 2-プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (9 : 3 : 1) 1 mL ずつを加えて溶かした後、更にそれぞれに亜硫酸水素ナトリウム 0.1g を加えて振り混ぜ、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。薄層板に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1 \rightarrow 200) を噴霧するとき、薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンと等しい *R_f* 値に黄緑色のスポットを認める。

(4) 本品 0.03g にエタノール (95) 100 mL を加えて溶かし、その 1 mL をとり、エタノール (95) を加えて 100 mL とする。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283~287 nm に吸収の極大を示す。

融 点 50~55 $^{\circ}$ C (第1法)

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

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

(3) 重金属 本品 1.0g をとり、硫酸 5 mL 及び硝酸 20 mL を加えて静かに加熱する。更

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

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

(5) 有機性不純物 確認試験 (3) で得た薄層板には、薄層クロマトグラフィー用ジフェニルアミンと等しい R_f 値に単一の黄緑色のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5%以下 (1.5g, シリカゲル, 4 時間)

強熱残分 0.2%以下 (第 1 法, 2 g)

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

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 16.92mg $C_{12}H_{11}N$

臭素酸カリウム

Potassium Bromate

KBrO₃ : 167.00

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

性状 本品は無色～白色の結晶性の粉末である。

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

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

純度試験 (1) 液性 本品の水溶液 (1→30) は、中性である。

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

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

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

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105°C, 2時間)

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

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

ゼオライト

Zeolite

合成ゼオライト

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

性状 本品は、白色の粉末である。

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

(2) (1) のろ液は、アルミニウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) (1) のろ液は、ナトリウム塩の定性反応 (2) を呈する。

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

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

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

乾燥減量 30.0%以下 (2g, 105°C, 2時間)