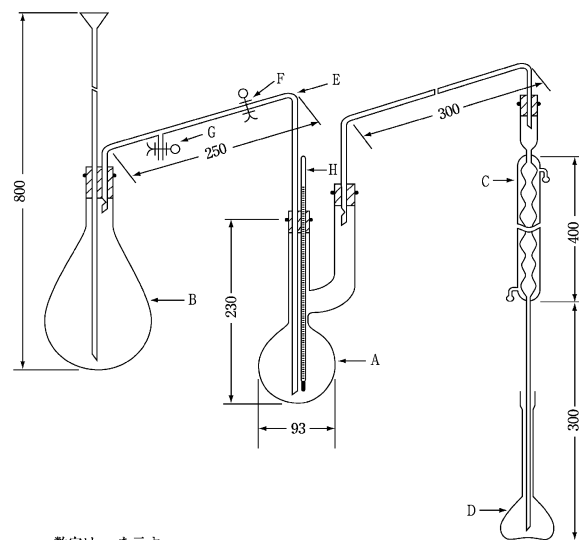


固し、残留物を 700 °C で 2 時間強熱するとき、その量は 0.040 g 以下である。

#### (7) フッ化物

(i) 装置 図に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部はすり合わせにしてもよい。



数字はmmを示す

- |                        |                          |
|------------------------|--------------------------|
| A : 容量約 300 mL の蒸留フラスコ | D : 受器 容量 200 mL のメスフラスコ |
| B : 容量約 100 mL の水蒸気発生器 | E : 内径約 8 mm の水蒸気導入管     |
| C : 冷却器                | F, G : ピンチコック付きゴム管       |
|                        | H : 温度計                  |

(ii) 操作法 本品 5.0 g をとり、水 20 mL を用いて蒸留フラスコ A に洗い込み、ガラスウール約 1 g 及び薄めた精製硫酸 (1 → 2) 50 mL を加える。A をあらかじめ水蒸気導入管 E に水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する。受器 D には、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び水 10 mL を入れ、冷却器 C の下端をこの液に浸す。A を徐々に加熱して液の温度が 130 °C になったとき、ゴム管 F を開いてゴム管 G を閉じ、水を激しく沸騰させた水蒸気発生器 B から水蒸気を通じる。同時に A 中の液の温度を 135 ~ 145 °C に保つように A を加熱する。蒸留速度は 1 分間約 10 mL とする。留液が約 170 mL になったとき、蒸留を止め、C を少量の水で洗い、洗液を留液に合わせ、水を加えて正確に 200 mL とし、これを試験液とする。以下酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。ただし、補正液は調製しない。

試験液中のフッ素 (F : 19.00) の量 (mg)

$$= \text{標準液 5 mL 中のフッ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{200}{V}$$

フッ素 (F) の量は 0.01 % 以下である。

乾燥減量 20.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

吸着力 本品 0.10 g にメチレンブルー溶液 (3 → 2000)

20 mL を加えて 15 分間振り混ぜ、更に 37 ± 2 °C で 5 時間放置した後、遠心分離する。上澄液 1.0 mL に水を加えて 200 mL とし、その 50 mL をネスラー管に入れ、白色の背景を用いて側方又は上方から観察するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : メチレンブルー溶液 (3 → 2000) 1.0 mL に水を加えて 400 mL とし、この液 50 mL を用いる。

貯法 容器 密閉容器。

## ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

本品は定量するとき、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub> : 60.08) 45.0 % 以上及び酸化マグネシウム (MgO : 40.30) 20.0 % 以上を含み、二酸化ケイ素と酸化マグネシウムとのパーセント (%) の比は 2.2 ~ 2.5 である。

性状 本品は白色の微細な粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え、振り混ぜてろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はマグネシウム塩の定性反応を呈する。

(2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の融解球をつくり、これに本品を付け、再び融解するとき、球中に不溶解の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。

### 純度試験

(1) 可溶性塩 本品 10.0 g に水 150 mL を加え、水浴上で 60 分間振り混ぜ、冷後、水を加えて 150 mL とし、遠心分離して得た澄明な液 75 mL をとり、これに水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL を水浴上で蒸発乾固し、更に 700 °C で 2 時間強熱するとき、その量は 0.02 g 以下である。

(2) アルカリ (1) の試料溶液 20 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 1.0 mL を加えるとき、液は無色である。

(3) 塩化物 (1) の試料溶液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.75 mL を加える (0.053 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (1) の残留物に希塩酸 3 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱した後、水 30 mL を加えてろ過し、水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。この液 4 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え、2 分間煮沸した後、ろ過し、水 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL を加え、加温して溶かし、必要ならばろ過し、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.40 g に希塩酸 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、遠心分離する。残留物に希塩酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離する。更に水 10 mL を加え、同様に操作し、全抽出液を合わせ、水浴上で加熱濃縮して 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

強熱減量 34 % 以下 (0.5 g, 850 °C, 3 時間).

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り, 共栓フラスコに入れ, 正確に 0.1 mol/L 塩酸 30 mL 及び水 20 mL を加え, 37 ± 2 °C で 1 時間振り混ぜ, 冷後, 上澄液 25 mL を正確に量り, 過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで, よくかき混ぜながら滴定する.

本品の強熱減量における残留物に換算するとき, その 1 g につき, 0.1 mol/L 塩酸の消費量は 140 ~ 160 mL である.

#### 定量法

(1) 二酸化ケイ素 本品約 0.7 g を精密に量り, 0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固し, 残留物に水 25 mL を加え, 水浴上で時々かき混ぜながら, 15 分間加熱する. 上澄液を定量用紙を用いてろ過し, 残留物に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜ, 上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する. 更に残留物は同様に熱湯 25 mL ずつで 2 回洗った後, 残留物をろ紙上に移し, 洗液が硫酸塩の定性反応 (1) を呈しなくなるまで熱湯で洗い, 残留物をろ紙とともに白金るつぽに入れ, 強熱して灰化し, 更に 775 ~ 825 °C で 30 分間強熱し, 冷後質量を量り,  $a$  (g) とする. 次に残留物を水で潤し, フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え, 蒸発乾固した後, 5 分間強熱し, 冷後質量を量り,  $b$  (g) とする.

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a - b}{\text{試料の量 (g)}} \times 100$$

(2) 酸化マグネシウム 本品約 0.3 g を 50 mL の三角フラスコに精密に量り, 0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え, 水浴上で 15 分間加熱する. 冷後, 100 mL のメスフラスコに移し, 三角フラスコは水で洗い, 洗液及び水を加えて 100 mL とする. この液をろ過し, ろ液 50 mL を正確に量り, 水 50 mL 及び薄めた 2,2',2''-ニトリロトリエタノール (1 → 2) 5 mL を加えてよく振り混ぜる. これにアンモニア試液 2.0 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え, 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: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g).

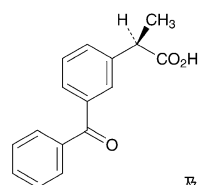
$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ &\text{二水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 2.0152 \text{ mg MgO} \end{aligned}$$

(3) 二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>) と酸化マグネシウム (MgO) とのパーセント (%) の比 定量法 (1) 及び (2) の数値から求める.

貯法 容器 密閉容器.

## ケトプロフェン

Ketoprofen



及び鏡像異性体

C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> : 254.28

(*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid [22071-15-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, ケトプロフェン (C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>) 98.5 % 以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

本品はメタノールに極めて溶けやすく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない.

本品は光によって着色する.

#### 確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加えて 30 分間放置するとき, だいたい黄色の沈殿を生じる.

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

(3) 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試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融点 94 ~ 97 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 塩化物 本品 2.0 g をメタノール 40 mL に溶かし, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.005 % 以下).

(3) 硫酸塩 本品 2.0 g をメタノール 40 mL に溶かし, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にメタノール 40 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.010 % 以下).

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下).

(6) 類縁物質 本操作はできるだけ光を避け, 遮光した容器を用いて行う. 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶か