

フラスコ燃焼法のイオウの定量操作法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 過塩素酸バリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 1.9920 \text{ mg C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_8\text{S}$$

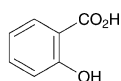
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## サリチル酸

Salicylic Acid



$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$  : 138.12

2-Hydroxybenzoic acid [69-72-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸 ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$ ) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味があり、刺激性である。

本品はエタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、熱湯にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 500) はサリチル酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

融点 158 ~ 161 °C

#### 純度試験

(1) 塩化物 本品 5.0 g に水 90 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 30 mL をとり、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 0.35 mL を加える (0.008 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) のろ液 30 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 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をアセトン 25 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 4 mL、希酢酸 2 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。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(4) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 C より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (1 g)。

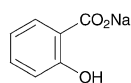
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 25 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.812 mg  $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$

貯法 容器 密閉容器。

## サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$  : 160.10

Monosodium 2-hydroxybenzoate [54-21-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸ナトリウム ( $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_3$ ) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすい。

本品は光によって徐々に着色する。

#### 確認試験

(1) 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数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 → 20) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 420 nm における吸光度は 0.02 以下である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を水 15 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びエタノール (95) 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 にエタノール (95) 28 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし、塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は変化しない。

(4) 亜硫酸塩又はチオ硫酸塩 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし、塩酸 1 mL を加えてろ過し、ろ液に 0.05 mol/L ヨウ素液 0.15 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(5) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を分解フラスコにとり、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、白煙が生じるまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL を加えて加熱し、冷後、更に過酸化水素 (30) 2 mL を加えて液が無色~微黄色となるまで加熱する。必要ならば硝酸及び過酸化水素 (30) を加えて加熱する操作を繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム一水和物飽和溶液 2 mL を加え、再び白煙が生じるまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液として装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸

(100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.010 mg  $C_7H_5NaO_3$

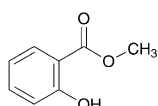
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$  : 152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate [I19-36-8]

本品は定量するとき、サリチル酸メチル ( $C_8H_8O_3$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の液で、強い特異なにおいがある。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

本品は水に極めて溶けにくい。

比重  $d_{20}^{20}$  : 1.182 ~ 1.192

沸点 : 219 ~ 224 °C

確認試験 本品 1 滴に水 5 mL を加え、1 分間よく振り混ぜた後、塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

#### 純度試験

(1) 酸 本品 5.0 mL に新たに煮沸して冷却した水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加え、1 分間よく振り混ぜた後、フェノールレッド試液 2 滴を加え、液の赤色が消えるまで 0.1 mol/L 塩酸で滴定するとき、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.45 mL 以下である。

(2) 重金属 本品 10.0 mL に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、塩酸 1 滴を加え、硫化水素を通じて飽和するとき、油層及び水層は暗色を呈しない。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で 2 時間加熱し、冷後、過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL  
= 76.07 mg  $C_8H_8O_3$

貯法 容器 気密容器。

## 酸化亜鉛

Zinc Oxide

亜鉛華

ZnO : 81.39

本品を強熱したものは定量するとき、酸化亜鉛 (ZnO) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の無晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (95)、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する。

#### 確認試験

(1) 本品は強熱するとき、黄色となり、冷えると色はもとに戻る。

(2) 本品の希塩酸溶液 (1 → 10) は亜鉛塩の定性反応を呈する。

#### 純度試験

(1) 炭酸塩及び溶状 本品 20 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ、希硫酸 30 mL を加え、水浴上でかき混ぜながら加熱するとき、泡立たない。また、この液は無色澄明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過し、ろ液にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.20 mL を加えるとき、液は無色である。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に水 40 mL を加え、振り混ぜてろ過し、ろ液 20 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 0.50 mL を加える (0.096 % 以下)。

(4) 鉄 本品 1.0 g をとり、薄めた塩酸 (1 → 2) 50 mL に溶かし、更にペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.1 g を加えて溶かし、4-メチル-2-ペンタノン 20 mL で抽出する。次に 4-メチル-2-ペンタノン層に鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL を加えて再び抽出し、鉄試験用 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする。別に鉄標準液 1.0 mL をとり、同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液に L-アスコルビン酸溶液 (1 → 100) 2 mL を加えて混和し、30 分間放置後、2,2'-ビピリジルのエタノール (95) 溶液 (1 → 200) 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし、30 分間放置後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない (10 ppm 以下)。

(5) 鉛 本品 2.0 g に水 20 mL を加え、かき混ぜながら酢酸 (100) 5 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(6) ヒ素 本品 0.5 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いるの方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

強熱減量 1.0 % 以下 (1 g, 850 °C, 1 時間)。

定量法 本品を 850 °C で 1 時間強熱し、その約 0.8 g を精密に量り、水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かし、水