

(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 $C_7H_5NaO_3$

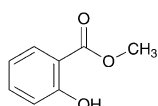
貯法

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

を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 80 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) をわずかに沈殿を生じるまで加え、次に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えた後、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)。

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
= 4.069 mg ZnO

0.01 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
= 0.5608 mg CaO

貯法 容器 気密容器。

酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

MgO : 40.30

本品を強熱したものは定量するとき、酸化マグネシウム (MgO) 96.0 % 以上を含む。

本品の 5 g の容積が 30 mL 以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、においはない。

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。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は空气中で湿気及び二酸化炭素を吸収する。

確認試験 本品の希塩酸溶液 (1 → 50) はマグネシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0 g をビーカーにとり、水 100 mL を加え、時計皿で覆い、水浴上で 5 分間加熱した後、直ちにろ過し、冷後、ろ液 50 mL をとり、メチルレッド試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2.0 mL を加えるとき、液の色は赤色である。また、ろ液 25 mL を蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.010 g 以下である。

(2) 炭酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて煮沸し、冷後、酢酸 (31) 5 mL を加えるとき、ほとんど泡立たない。

(3) 重金属 本品 1.0 g を希塩酸 20 mL に溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物を水 35 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を用いて中和した後、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、ろ紙を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を用いて中和した後、希酢酸 2 mL、鉛標準液 4.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (40 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 0.040 g をとり、第 1 法により検液を調製し、A 法により試験を行う。比較液には鉄標準液 2.0 mL を加える (500 ppm 以下)。

(5) 酸化カルシウム 本品を強熱し、その約 0.25 g を精密に量り、希塩酸 6 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、

水 300 mL 及び L-酒石酸溶液 (1 → 5) 3 mL を加え、更に 2,2',2''-ニトリロトリエタノール溶液 (3 → 10) 10 mL、8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え、5 分間放置した後、0.01 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: NN 指示薬 0.1 g)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

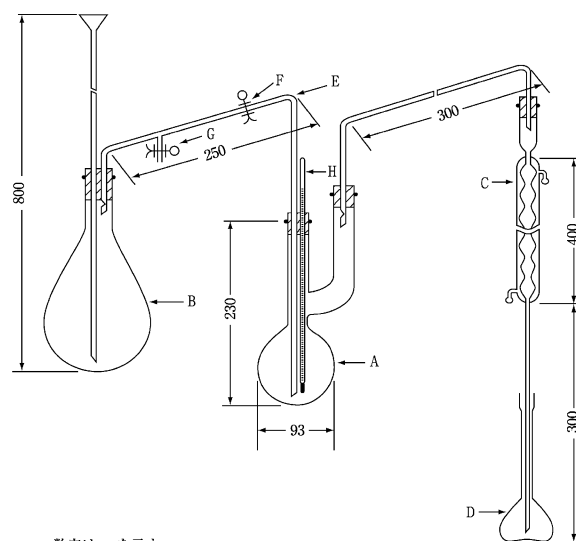
酸化カルシウム (CaO : 56.08) の量は 1.5 % 以下である。

(6) ヒ素 本品 0.20 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

(7) 酸不溶物 本品 2.0 g に水 75 mL を加え、振り混ぜながら塩酸 12 mL を滴加し、5 分間煮沸する。不溶物を定量用ろ紙を用いてろ取し、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い、残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき、その量は 2.0 mg 以下である。

(8) 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

B : 容量約 100 mL の水蒸気発生器
突沸を避けるために沸騰石を入れる。

C : 冷却器

D : 受器 容量 200 mL のメスフラスコ

E : 内径約 8 mm の水蒸気導入管

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、ガラスワール約 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