

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 の少量を水で洗い、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。

$$\begin{aligned} & \text{試験液中のフッ素 (F : 19.00) の量 (mg)} \\ & = \text{標準液 5 mL 中のフッ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{200}{V} \end{aligned}$$

フッ素 (F) の量は 0.08 % 以下である。

強熱減量 10 % 以下 (0.25 g, 900 °C, 恒量)。

定量法 本品を 900 °C で恒量になるまで強熱し、その約 0.2 g を精密に量り、水 10 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 50 mL 及び 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、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)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

この 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の消費量から純度試験 (5) で得た酸化カルシウム (CaO) に対応する 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の量を差し引く。

$$\begin{aligned} & 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ & \text{二水素二ナトリウム液 1 mL} \\ & = 2.0152 \text{ mg MgO} \\ & \text{酸化カルシウム (CaO) 1 mg} \\ & = 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ & \text{二水素二ナトリウム液 0.36 mL} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

三酸化ヒ素

Arsenic Trioxide

三酸化二ヒ素
亜ヒ酸

As₂O₃ : 197.84

本品を乾燥したものは定量するとき、三酸化ヒ素 (As₂O₃) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験 本品 0.2 g に水 40 mL を加え、水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応を呈する。

純度試験 溶状 本品 1.0 g をアンモニア試液 10 mL に弱く加熱して溶かすとき、液は澄明である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 20 mL を加え、必要ならば加温して溶かす。水 40 mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加え、液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後、炭酸水素ナ

トリウム 2 g, 水 50 mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 1 mL} = 4.946 \text{ mg As}_2\text{O}_3$$

貯法 容器 気密容器。

酸素

Oxygen

O₂ : 32.00

本品は定量するとき、酸素 (O₂) 99.5 vol% 以上を含む。

性状 本品は無色のガスで、においはない。

本品 1 mL は温度 20 °C、気圧 101.3 kPa で水 32 mL 又はエタノール (95) 7 mL に溶ける。

本品 1000 mL は温度 0 °C、気圧 101.3 kPa で約 1.429 g である。

確認試験

(1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び酸素 1 mL ずつを、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、それぞれガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。これらのガスにつき、純度試験 (5) の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、酸素の保持時間に一致する。

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上、18 ~ 22 °C に保った後、20 °C で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものである。

(1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びプロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え、5 分間煮沸する。その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A, B 及び C に入れる。更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を、B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え、密栓をして冷却する。次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し、15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき、液の色は B 管中の液のだいたい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない。

(2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える。

(3) 酸化性物質 ヨウ化カリウムデンプン試液 15 mL ずつを 2 本のネスラー管 A 及び B にとり、これに酢酸 (100) 1 滴ずつを加えて混和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 2000 mL を (1) と同様の方法で 30 分間で通じるとき、A 液の色は密栓して放置した B 液の色と同じである。

(4) 塩化物 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ水 50 mL をとり、これに硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混

和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、A 液の混濁は B 液の混濁と同じである。

(5) 窒素 本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、窒素のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積 A_S を求めるとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 250 ~ 355 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき上記の条件で操作するとき、酸素、窒素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

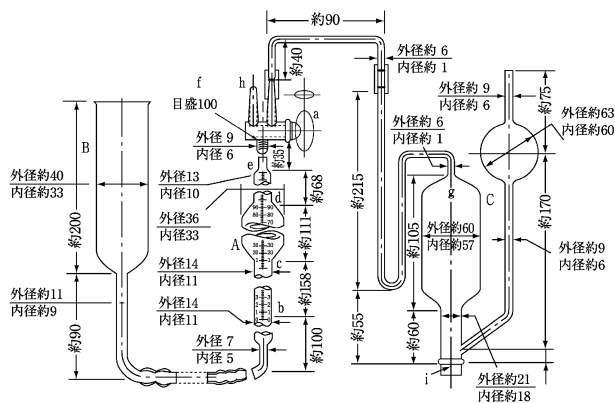
定量法

(i) 装置 図に示すものを用いる。A は二方活栓 a を有する 100 mL のガスビュレットで、b ~ c、d ~ e 及び e ~ f は 0.1 mL 目盛り、c ~ d は 2 mL 目盛りである。A は水準管 B と肉厚ゴム管で連結し、A 及び B のほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満す。ガスピペット C の吸収球 g には直径 2 mm 以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め、更に塩化アンモニウム・アンモニア試液 125 mL を入れ、ゴム栓 i を閉じ、A と肉厚ゴム管で連結する。

(ii) 操作法 a を開き B を下げて g 中の液を a の活栓孔のところまで吸い上げた後、a を閉じ、次に a の試料導入管 h に通じる孔を開き、B を上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液を A 及び h 中に全満した後、a を閉じ、試料容器を h につなぎ再び a を開いて、B を下げながら本品約 100 mL を精密に量る。a の C に通じる孔を開き B を上げて本品を g 中へ送り込み、a を閉じて C を 5 分間、前後に穏やかに振り動かす。吸収されずに残るガスを a を開き B を下げて A 中へ戻し、その容量を量る。この操作を繰り返し、吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量り V (mL) とする。ただし、C 中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも 4 回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する。V 及び本品の採取量を 20 °C で気圧 101.3 kPa の容量に換算する。

b ~ c = 0.1 mL 目盛
c ~ d = 2 mL 目盛
d ~ e = 0.1 mL 目盛
e ~ f = 0.1 mL 目盛

目盛線は、赤色とする。
b ~ f = 100 mL



酸素 (O₂) の量 (mL)
= 試料の採取量の換算値 (mL) - V の換算値 (mL)

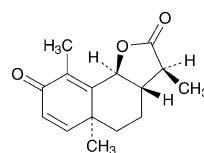
貯法

保存条件 40 °C 以下で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。

サントニン

Santonin



C₁₅H₁₈O₃ : 246.30

(3S, 3aS, 5aS, 9bS)-3a, 5, 5a, 9b-Tetrahydro-3, 5a, 9-trimethylnaphtho[1, 2-b]furan-2, 8(3H, 4H)-dione [481-06-1]

本品は定量するとき、サントニン (C₁₅H₁₈O₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は初めないが、後にわずかに苦い。

本品は沸騰エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、熱湯又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって黄色となる。

確認試験

(1) 本品 0.2 g を水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL に溶かすとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、その 0.01 g に薄めた硫酸 (1 → 2) 1 mL を加えて振り混ぜた後、煮沸し、冷後、希塩化鉄