

サリチル酸絆創膏

Salicylic Acid Adhesive Plaster

製法

サリチル酸, 細末	500 g
絆創膏基剤	適量
全量	1000 g

以上をとり, 精選したゴム, 樹脂類, 酸化亜鉛及びその他の物質を練り合わせ, 粘性物質とし, 布に均等に延べて製する。

性状 本品の膏面は類白色で, 皮膚によく付着する。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

複方サリチル酸メチル精

Compound Methyl Salicylate Spirit

製法

サリチル酸メチル	40 mL
トウガラシチンキ	100 mL
<i>d</i> -又は <i>dl</i> -カンフル	50 g
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり, 酒精剤の製法により製する。

性状 本品は帯赤黄色の液で, 特異なおいがあり, 味はやくようである。

確認試験

(1) 本品 1 mL に希メタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後, 塩化鉄(III)試液 1 滴を加えるとき, 液は紫色を呈する(サリチル酸メチル)。

(2) 本品 1 mL にクロロホルム 10 mL を加えてよく振り混ぜ, 試料溶液とする。別にサリチル酸メチル 0.04 g をクロロホルム 10 mL に溶かし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/クロロホルム混液(4:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき, 試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。また, この薄層板に塩化鉄(III)試液を均等に噴霧するとき, 標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは, 紫色を呈する。

貯法 容器 気密容器。

サリチル・ミョウバン散

Salicylated Alum Powder

本品は定量するとき, サリチル酸($C_7H_6O_3$: 138.12) 2.7 ~ 3.3 % を含む。

製法

サリチル酸, 細末	30 g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム, 微末	640 g
タルク, 微末	適量
全量	1000 g

以上をとり, 散剤の製法により製する。

性状 本品は白色の粉末である。

確認試験

(1) 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する。また, この液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 520 ~ 535 nm に吸収の極大を示す(サリチル酸)。

(2) 本品 0.3 g にメタノール 5 mL を加えて振り混ぜた後, ろ過し, ろ液を試料溶液とする。別にサリチル酸 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/酢酸(100)混液(45:5:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき, 試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。また, この薄層板に塩化鉄(III)試液を均等に噴霧するとき, 標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは, 紫色を呈する。

定量法 本品約 0.33 g を精密に量り, エタノール(95) 80 mL を加えてよく振り混ぜた後, 更にエタノール(95)を加えて正確に 100 mL とし, ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液を試料溶液とする。別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で 3 時間乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, エタノール(95)に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, エタノール(95)を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り, それぞれに硝酸鉄(III)九水和物溶液(1 \rightarrow 200) 5 mL を正確に加え, 更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき, エタノール(95) 10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸}(C_7H_6O_3) \text{の量 (mg)} \\ &= \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

酸化カルシウム

Calcium Oxide

生石灰

CaO : 56.08

本品を強熱したものは定量するとき, 酸化カルシウム

(CaO) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の堅い塊で、粉末を含み、においはない。
本品は熱湯に極めて溶けにくく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品 1 g は水 2500 mL にほとんど溶ける。

本品は空气中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する。

確認試験

(1) 本品を水で潤すとき、発熱して白色の粉末となり、これを約 5 倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20 mL を混ぜ、酢酸 (31) を滴加して溶かした液は、カルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 酸不溶物 本品 5.0 g に水少量を加えて崩壊し、水 100 mL を加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し、更に塩酸 1 mL を加える。この液を 5 分間煮沸し、冷後、ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い、105 °C で恒量になるまで乾燥するとき、その量は 10.0 mg 以下である。

(2) 炭酸塩 本品 1.0 g に水少量を加えて崩壊し、水 50 mL とよく混ぜ、しばらく放置し、上層の乳状液の大部分を傾斜して除き、残留物に過量の希塩酸を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g に水 75 mL を混ぜ、塩酸を滴加して溶かし、更に塩酸 1 mL を追加する。1 ~ 2 分間煮沸し、アンモニア試液で中和し、これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後、水浴上で 2 時間加熱する。冷後、水を加えて 200 mL とし、よく混ぜてろ過する。ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し、残留物を 600 °C で恒量になるまで強熱するとき、その量は 0.015 g 以下である。

強熱減量 10.0 % 以下 (1 g, 900 °C, 恒量)。

定量法 本品を 900 °C で恒量になるまで強熱し、デシケーター (シリカゲル) で放冷し、その約 0.7 g を精密に量り、水 50 mL 及び薄めた塩酸 (1 → 3) 8 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 50 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え、更に NN 指示薬 0.1 g を加えた後、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム液で滴定する。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。

$$\begin{aligned} &0.02 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素} \\ &\text{ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 1.1215 \text{ mg CaO} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

酸化チタン

Titanium Oxide

TiO₂ : 79.87

本品を乾燥したものは定量するとき、酸化チタン (TiO₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが、塩酸、硝酸又は希硫酸に溶けない。

本品は硫酸水素カリウム、水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え、加熱して融解するとき、可溶性塩に変わる。

本品 1 g に水 10 mL を加え、振り混ぜた液は中性である。

確認試験 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え、白煙を発生するまで加熱し、冷後、注意して水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL に過酸化水素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は黄赤色を呈する。

純度試験

(1) 鉛 本品 1.0 g を白金るつばにとり、硫酸水素カリウム 10.0 g を加え、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強く加熱し、時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する。冷後、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (9 → 20) 30 mL 及び水 50 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、試料原液とする。試料原液 25 mL を分液漏斗に入れ、硫酸アンモニウム溶液 (2 → 5) 10 mL 及びチモールブルー試液 5 滴を加え、アンモニア試液で中和し、更にアンモニア試液 2.5 mL を加えた後、この液にジチゾンの酢酸 *n*-ブチル溶液 (1 → 500) 20 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜて得た酢酸 *n*-ブチル溶液を試料溶液とする。別に鉛標準液 6.0 mL を白金るつばにとり、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である (60 ppm 以下)。

使用ガス :

可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ : 鉛中空陰極ランプ

波長 : 283.3 nm

(2) ヒ素 (1) の試料原液 20 mL を検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色 : 本品を用いないで同様に操作した後、この液 20 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2.0 mL を加え、以下検液と同様に操作する (10 ppm 以下)。

(3) 水可溶物 本品 4.0 g に水 50 mL を加え、よく振り混ぜて一夜放置する。次に塩化アンモニウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、必要ならば更に塩化アンモニウム試液 2 mL を加え、酸化チタンが沈着した後、水を加えて 200 mL とし、よく振り混ぜ、二重ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、澄明なる液 100 mL をとり、水浴上で蒸発した後、650 °C で恒量になるまで強熱するとき、残留物の量は 5.0 mg 以下である。

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 0.2 g を精密に量り、るつばに入れ、二硫酸カリウム 3 g を加え、ふたをし、初めは弱く、次に徐々に温度を上げ、内容物が融解した状態で 30 分間加熱し、更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明