

(2) 亜硫酸塩 本品 20.0 g を丸底フラスコにとり、熱湯 150 mL に溶かし、シリコン樹脂 3 ~ 5 滴、リン酸 5 mL 及び炭酸水素ナトリウム 1 g を加え、直ちに冷却器を付け、受器にはヨウ素試液 50 mL を入れ、冷却器の先端をその液中に入れ、留液 50 mL を得るまで蒸留する。留液に塩酸を滴加して酸性とし、塩化バリウム試液 2 mL を加え、水浴上で加熱し、ヨウ素試液の色が消えたとき、沈殿をろ取り、水で洗い、強熱するとき、残留物は 1.5 mg 以下である。同様の方法で空試験を行い、補正する。

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 15.0 g をフラスコに入れ、薄めた塩酸 (1 → 5) 60 mL を加え、加熱して溶かし、臭素試液 15 mL を加えて加熱し、過量の臭素を除き、アンモニア試液を加えて中性とし、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.5 g を加えて放冷し、マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する。沈殿をろ取り、薄めたアンモニア試液 (1 → 4) 10 mL ずつで 5 回洗い、薄めた塩酸 (1 → 4) に溶かし正確に 50 mL とする。この液 5 mL につき、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：本品の代わりにヒ素標準液 15 mL を用い、同様に操作する (1 ppm 以下)。

(5) 水銀 本品 2.0 g を分解フラスコにとり、薄めた硫酸 (1 → 2) 20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 50) 100 mL を加えた後、還流冷却器を付け、静かに加熱し 2 時間煮沸する。この間に溶液が澄明になった場合は液温を約 60 °C に下げ、更に過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 50) 5 mL を加え、再び煮沸し、二酸化マンガンの沈殿が約 20 分間持続するまで、この操作を繰り返す。冷後、二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液 (1 → 5) を加えた後、水を加えて正確に 150 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、原子吸光度法 (冷蒸気方式) により試験を行う。試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ、塩化スズ (II) ・硫酸試液 10 mL を加え、直ちに原子吸光分析装置を連結し、空気を循環させ、波長 253.7 nm で記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し、 $A_T$  とする。別に水銀標準液 2.0 mL を分解フラスコにとり、薄めた硫酸 (1 → 2) 20 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 50) 100 mL を加え、試料溶液と同様に操作し、吸光度を測定し、 $A_s$  とするとき、 $A_T$  は  $A_s$  より小さい (0.1 ppm 以下)。

乾燥減量 15.0 % 以下。本品約 1 g を、110 °C で 3 時間乾燥した海砂 (1 号) 10 g を入れた質量既知の 200 mL のビーカーに精密に量り、水 20 mL を加え、時々よく振り混ぜ、30 分間放置後、時々振り混ぜながら水浴上で蒸発乾固した後、110 °C で 3 時間乾燥する。

強熱残分 2.0 % 以下 (0.5 g)。

貯法 容器 気密容器。

## 精製セラック

Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr (Coc-

*cidae*) の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である。

性状 本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で、堅くてもろく、つやがあり、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はエタノール (95) 又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水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。

酸価 60 ~ 80 本品約 1 g を精密に量り、中和エタノール 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定する (電位差滴定法)。

### 純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 0.40 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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) 10 mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (5 ppm 以下)。

(3) エタノール不溶物 本品約 5 g を精密に量り、エタノール (95) 50 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら溶かす。あらかじめ 105 °C で 2 時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ、これに先のエタノール溶液を流し込み、エタノール (95) で 3 時間抽出し、円筒ろ紙を 105 °C で 3 時間乾燥するとき、残留物の量は 2.0 % 以下である。ただし、円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる。

(4) ロジン 本品 2.0 g にエタノール (99.5) 10 mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、振り混ぜながら石油エーテル 50 mL を徐々に加え、必要ならば過する。この液を水 50 mL ずつで 2 回洗い、上層液をとり、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物を四塩化炭素/フェノール混液 (2 : 1) 2 mL に溶かし、滴板のくぼみに入れ、その隣のくぼみに四塩化炭素/臭素混液 (4 : 1) を満たし、直ちに 1 枚の時計皿で両くぼみを覆い、放置するとき、残留物を溶かした液は 1 分間以内に紫色又は青色を呈しない。

(5) ワックス 本品 10.0 g に炭酸ナトリウム十水和物溶液 (9 → 200) 150 mL を加え、水浴上で振り混ぜて溶かし、更に 2 時間加熱する。冷後、浮遊するワックスをろ取り、ワックス及びろ紙を水で洗った後、ビーカーに入れ、ほとんど水分がなくなるまで 65 °C で乾燥し、ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる。ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ、加温してワックスを溶かし、前の円筒ろ紙に入れ、クロロホルムで 2 時間抽出する。クロロホルム液を蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 3 時間乾燥するとき、その量は 20 mg 以下である。

乾燥減量 2.0 % 以下。本品の中末約 1 g を精密に量り、初め 40 °C で 4 時間、次にデシケーター (乾燥用塩化カルシウム) で 15 時間乾燥する。

灰分 1.0 % 以下 (1 g、生薬試験法の灰分の項を準用する)。

貯法 容器 密閉容器。