

水浴中で 10 分間加熱するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：留液の代わりに水 5 mL を用い、以下同様に操作する。

エキス含量 1.9 ~ 3.5 w/v%。本品 25 mL を、105°C で 2.5 時間乾燥した海砂 (1 号) 10 g の入った質量既知の 200 mL のビーカーに正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し、質量を量る。

灰分 0.13 ~ 0.40 w/v%。本品 50 mL を正確に量り、質量既知の磁製皿に入れ、水浴上で蒸発乾固し、更に恒量になるまで強熱し、冷後、質量を量る。

#### 定量法

(1) エタノール 本品を 15°C において 100 mL のメスフラスコに正確に量り、300 ~ 500 mL のフラスコに移し、このメスフラスコを水 15 mL ずつで 2 回洗い、洗液をフラスコの試料に加え、フラスコにしぶき止めの付いた蒸留管を連結し、受器にはそのメスフラスコを用い、蒸留する。留液約 80 mL (所要時間は 20 分前後) を得たとき、蒸留を止め、15°C の水中に 30 分間放置した後、15°C で水を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜた後、比重及び密度測定法第 3 法により、15°C における比重を測定するとき、比重  $d_4^{15}$  は 0.982 ~ 0.985 である。

(2) 酒石酸 本品 100 mL を正確に量り、酢酸 (100) 2 mL、酢酸カリウム溶液 (1 → 5) 0.5 mL 及び塩化カリウムの粉末 15 g を加え、激しくかき混ぜてできるだけ溶かした後、エタノール (95) 10 mL を加え、1 分間ビーカーの内壁を強くこすり、結晶を析出させ、0 ~ 5°C に 15 時間以上放置する。結晶を吸引ろ取し、塩化カリウムの粉末 15 g を薄めたエタノール (1 → 6) 120 mL に溶かした溶液 3 mL でビーカー及び結晶を順次洗う。この操作を 5 回繰り返し、結晶をろ紙と共に先のビーカーに移し、ろ過器を熱湯 50 mL で洗い、洗液をビーカーに合わせ、加熱して結晶を溶かし、直ちに 0.2 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 1 mL)。滴定数 (mL) に 0.75 を加えて 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL) とする。

0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 30.017 mg  $C_4H_8O_6$

貯法 容器 気密容器。

## プロテイン銀

Silver Protein

本品は銀及びたん白質の化合物で、定量するとき、銀 (Ag : 107.87) 7.5 ~ 8.5 % を含む。

性状 本品はうすい黄褐色~褐色の粉末で、においはない。

本品 1 g は水 2 mL に徐々に溶け、エタノール (95)、ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.0 ~ 8.5 である。

本品はやや吸湿性である。

本品は光によって変化する。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 10 mL に希塩酸 2 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加えた後、薄めた硫酸銅 (II) 試液 (2 → 25) 2 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL に塩化鉄 (III) 試液を滴加するとき、液は退色し、徐々に沈殿を生じる。

(3) 本品 0.2 g 強熱して灰化し、残留物に硝酸 1 mL を加え、加熱して溶かし、水 10 mL を加えた液は、銀塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験 銀塩 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし、ろ過した液にクロム酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、液は混濁しない。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、100 mL の分解フラスコにとり、硫酸 10 mL を加え、漏斗をのせ、5 分間煮沸する。冷後、硝酸 3 mL を注意して滴加し、30 分間煮沸を避けて加熱する。冷後、硝酸 1 mL を加えて煮沸し、必要ならばこの操作を繰り返し、液が冷時、無色となるまで煮沸する。冷後、この液を水 100 mL を用いて 250 mL の三角フラスコに移し、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬：硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 3 mL)。

$$0.1 \text{ mol/L チオシアン酸アンモニウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 10.787 \text{ mg Ag}$$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## プロテイン銀液

Silver Protein Solution

本品は定量するとき、銀 (Ag : 107.87) 0.22 ~ 0.26 w/v% を含む。

#### 製法

プロテイン銀	30 g
グリセリン	100 mL
ハッカ水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、溶解混和して製する。

性状 本品は褐色澄明の液で、ハッカ油のにおいがある。

#### 確認試験

(1) 本品 1 mL にエタノール (95) 10 mL を混和した後、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、直ちに塩化銅 (II) 二水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加え、振り混ぜてろ過するとき、ろ液は青色を呈する (グリセリン)。

(2) 本品 3 mL をとり、水を加えて 10 mL とし、これに希塩酸 2 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加えた後、薄めた硫酸銅 (II) 試液 (2 → 25) 2 mL を加えるとき、液は紫色を呈する (プロテイン銀)。