

測定するとき、波長 510 ~ 514 nm に吸収の極大を示す (ヨウ素)。

(2) 定量法 (2) で得た呈色液は赤色を呈する。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 510 ~ 514 nm に吸収の極大を示す (ヨウ化カリウム)。

(3) 定量法 (4) で得た呈色液は黄色を呈する。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 401 ~ 405 nm に吸収の極大を示す (フェノール)。

(4) 本品 1 mL を共栓試験管にとり、エタノール (95) 10 mL を混和し、更に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び塩化銅 (II) 二水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する (グリセリン)。

定量法

(1) ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重測定法第 2 法により比重を測定する。その約 7 mL に対応する質量を精密に量り、エタノール (95) を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素約 0.08 g 及び 105 °C で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.17 g をそれぞれ精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り、50 mL の分液漏斗に入れ、それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL 及び水 15 mL を順次正確に加え、直ちに強く振り混ぜ、クロロホルム/ヘキサン層を分取し [水層は (2) に用いる]、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 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 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ヨウ素 (I) の量 (mg)} = \text{定量用ヨウ素の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(2) ヨウ化カリウム (1) の試料溶液及び標準溶液から得た水層 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸 (1 → 2) 1 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL を正確に加え、直ちに強く振り混ぜる。クロロホルム/ヘキサン層を分取し、脱脂綿を用いてろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 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 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ヨウ化カリウム (KI) の量 (mg)

$$= \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(3) 総ヨウ素 本品につき、あらかじめ比重測定法第 2 法により比重を測定する。その約 5 mL に対応する質量を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に 50 mL のフラスコにとり、亜鉛粉末 0.5 g 及び酢酸 (100) 5 mL を加え、ヨウ素の色が消えるまで振り混ぜた後、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。冷却器を通じて熱湯 10 mL を注加して、冷却器を洗い、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。フラスコは温湯 10 mL で 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加え

て正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ化カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸 (100) 5 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 mL ずつを 30 mL の分液漏斗に正確にとり、それぞれに水 5 mL、薄めた希塩酸 (1 → 2) 1 mL、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム/ヘキサン混液 (2 : 1) 10 mL を正確に加えて直ちに強く振り混ぜる。以下 (2) と同様に操作する。

総ヨウ素 (I として) の量 (mg)

$$= \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.7644$$

(4) フェノール 本品につき、あらかじめ比重及び密度測定法第 2 法により比重を測定する。その約 2 mL に対応する質量を精密に量り、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 3 mL を加えて振り混ぜた後、希塩酸 2 mL を加えて、クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL ずつで 2 回抽出する。全水層を合わせ、水を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別に定量用フェノール約 0.5 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 2 mL を正確に量り、試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれに希塩酸 2 mL を加え、30 °C の恒温水槽に入れる。10 分間放置した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 2 mL を正確に加えて振り混ぜ、30 °C で 60 分間放置する。次に希水酸化カリウム・エタノール試液を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき、水 3 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 403 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フェノール (C_6H_6O) の量 (mg)

$$= \text{定量用フェノールの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{50}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ヨード・サリチル酸・フェノール精

Iodine, Salicylic Acid and Phenol Spirit

本品は定量するとき、ヨウ素 (I : 126.90) 1.08 ~ 1.32 w/v%, ヨウ化カリウム (KI : 166.00) 0.72 ~ 0.88 w/v%, サリチル酸 ($C_7H_6O_3$: 138.12) 4.5 ~ 5.5 w/v%, フェノール (C_6H_6O : 94.11) 1.8 ~ 2.2 w/v% 及び安息香酸 ($C_7H_6O_2$: 122.12) 7.2 ~ 8.8 w/v% を含む。

製法

ヨードチンキ	200 mL
サリチル酸	50 g
フェノール	20 g
安息香酸	80 g
消毒用エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり、酒精剤の製法により製する。ただし、「消毒用エタノール」の代わりに「エタノール」及び「精製水」適量を用いて製することができる。

性状 本品は暗赤褐色の液で、フェノールのにおいがある。

確認試験

- (1) 本品 1 滴をデンプン試液 1 mL 及び水 9 mL の混液に加えるとき、暗青紫色を呈する(ヨウ素)。
- (2) 本品 1 mL にエタノール(95) 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 50 mL とする。この液 15 mL に硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1 → 200) 5 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する(サリチル酸)。
- (3) 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、ジエチルエーテル 25 mL で抽出する。ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 25 mL ずつで 2 回洗った後、希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する。抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ、更に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき、液は黄色を呈する(フェノール)。
- (4) 本品 1 mL にチオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、更に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、ジエチルエーテル 10 mL で抽出し、試料溶液とする。別にサリチル酸 0.025 g、フェノール 0.01 g 及び安息香酸 0.04 g をそれぞれジエチルエーテル 5 mL に溶かし、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)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、試料溶液から得た 3 個のスポットの R_f 値は、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットの R_f 値に等しい。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(1)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

- (1) ヨウ素 本品 4 mL を正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ素約 1.2 g 及び 105 °C で 4 時間乾燥した定量用ヨウ化カリウム約 0.8 g をそれぞれ精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 mL

ずつを正確に量り、それぞれにクロロホルム/ヘキサン混液(2:1) 25 mL を正確に加えて振り混ぜ、更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後、クロロホルム/ヘキサン層を分離し、[水層は(2)に用いる]、脱脂綿でろ過する。ろ液につき、クロロホルム/ヘキサン混液(2:1)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 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ヨウ素(Ⅰ)の量(mg)} \\ & = \text{定量用ヨウ素の量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

- (2) ヨウ化カリウム(1)の試料溶液及び標準溶液から得た水層 8 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた希塩酸(1 → 2) 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、直ちにクロロホルム/ヘキサン混液(2:1) 10 mL を正確に加えて振り混ぜ、更に水 10 mL を正確に加えて振り混ぜた後、以下(1)と同様に操作する。

$$\begin{aligned} & \text{ヨウ化カリウム(KI)の量(mg)} \\ & = \text{定量用ヨウ化カリウムの量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{25} \end{aligned}$$

- (3) サリチル酸、フェノール及び安息香酸 本品 2 mL を正確に量り、薄めたメタノール(1 → 2) 20 mL を加える。この液に 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液をヨウ素の色が消えるまで加えた後、内標準溶液 20 mL を正確に加え、更に薄めたメタノール(1 → 2)を加えて 200 mL とし、試料溶液とする。別にデシケーター(シリカゲル)で 3 時間乾燥した定量用サリチル酸約 0.2 g、定量用フェノール約 0.08 g 及びデシケーター(シリカゲル)で 3 時間乾燥した安息香酸約 0.32 g をそれぞれ精密に量り、薄めたメタノール(1 → 2)に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加え、更に薄めたメタノール(1 → 2)を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸、フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Ta} 、 Q_{Tb} 及び Q_{Tc} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸、フェノール及び安息香酸のピーク面積の比 Q_{Sa} 、 Q_{Sb} 及び Q_{Sc} を求める。

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸(C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{)の量(mg)} \\ & = \text{定量用サリチル酸の量(mg)} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times \frac{1}{2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{フェノール(C}_6\text{H}_6\text{O)の量(mg)} \\ & = \text{定量用フェノールの量(mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{1}{2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{安息香酸(C}_7\text{H}_6\text{O}_2\text{)の量(mg)} \\ & = \text{安息香酸の量(mg)} \times \frac{Q_{Tc}}{Q_{Sc}} \times \frac{1}{2} \end{aligned}$$

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液(1 → 1000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 270 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ 25 ~ 30 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシル

シリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 1)

流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：安息香酸 0.2 g, サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール (1 → 2) 100 mL に溶かす。この液 10 mL に薄めたメタノール (1 → 2) 90 mL を加える。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、安息香酸、サリチル酸、テオフィリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ラウリル硫酸ナトリウム

Sodium Lauryl Sulfate

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム (C₁₂H₂₅NaO₄S : 289.39) からなるアルキル硫酸ナトリウムである。

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくい。

本品 1 g は水 10 mL に澄明に又は混濁して溶け、これを振り混ぜるとき、泡立つ。

確認試験

(1) 総アルコール量で得た残留物 0.2 g に臭素・シクロヘキサン試液 4 mL を加えてよく振り混ぜた後、*N*-ブロモサクシンイミド 0.3 g を加え、80 °C の水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) に希塩酸を加えて酸性とし、穏やかに煮沸した液は、冷後、硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アルカリ 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし、フェノールレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.60 mL を加えるとき、液は黄色である。

(2) 塩化ナトリウム 本品約 5 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、必要ならば希硝酸を加えて中性とし、0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 5 mL を正確に加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬：フルオレセインナトリウム試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

塩化ナトリウム (NaCl : 58.44) の量は次の硫酸ナトリウム (Na₂SO₄ : 142.04) の量と合わせて 8.0 % 以下である。

(3) 硫酸ナトリウム 本品約 1 g を精密に量り、水 10 mL に溶かし、エタノール (95) 100 mL を加えて沸点近くで 2 時間加熱し、温時、沈殿をガラスろ過器 (G4) でろ過し、沸騰エタノール (95) 100 mL で洗い、水 150 mL で

溶かして洗い込み、塩酸 10 mL を加えて沸騰するまで加熱し、塩化バリウム試液 25 mL を加え、一夜放置する。沈殿をろ取り、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い、乾燥し、徐々に温度を上げ 500 ~ 600 °C で恒量になるまで強熱した後、質量を量り、硫酸バリウム (BaSO₄ : 233.39) の量とする。

硫酸ナトリウム (Na₂SO₄) の量 (mg)
= 硫酸バリウム (BaSO₄) の量 (mg) × 0.6086

(4) 未反応アルコール 本品約 10 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、エタノール (95) 100 mL を加えて分液漏斗に入れ、石油ベンジン 50 mL ずつで 3 回抽出する。乳化して分離しにくいときは、塩化ナトリウムを加える。全石油ベンジン抽出液を合わせ、水 50 mL ずつで 3 回洗い、水浴上で石油ベンジンを留去し、次に 105 °C で 30 分間乾燥し、質量を量るとき、その量は 4.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (0.5 g, 直接滴定)。

総アルコール量 本品約 5 g を精密に量り、水 150 mL 及び塩酸 50 mL を加え、還流冷却器を付け、4 時間煮沸する。冷後、ジエチルエーテル 75 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去し、次に 105 °C で 30 分間乾燥し、質量を量るとき、その量は 59.0 % 以上である。

貯 法 容 器 密閉容器。

ラウロマクロゴール

Lauromacrogol

ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルである。

性 状 本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリンよう若しくはろう状の固体で、特異なにおいがあり、味はやや苦く、わずかに刺激性である。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすい。

本品は水に溶けやすいか、又は微細な油滴状となる。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、次にクロロホルム 5 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品 0.35 g を四塩化炭素 10 mL に溶かした液につき、赤外吸収スペクトル測定法の溶液法により、0.1 mm の固定セルを用いて測定するとき、波数 1347 cm⁻¹、1246 cm⁻¹ 及び 1110 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 酸 本品 10.0 g をフラスコに入れ、中和エタノール 50 mL を加え、水浴上で 1 ~ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 不飽和化合物 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ、臭素試液 5 滴を加えるとき、試液の色は消えな