

265nmにおいて別に規定する方法により、吸光度を測定するとき、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ が445～485であることを示す。
装置及び操作法

測定装置として光電分光光度計を用いる。光電分光光度計は、モノクロメーターと光電光度計を備えたもので、光源としては、可視吸収測定にはタングステンランプ、紫外吸収測定には重水素放電管を用いる。セルは、可視吸収測定にはガラス製又は石英製、紫外吸収測定には石英製を用い、別に規定するもののほか、層長は、1cmのものを用いる。

通例、まず波長目盛りを別に規定する測定波長に合わせ、対照液を光路に入れ、調整して吸光度0を示すようにする。対照液には、別に規定するもののほか、測定する液の溶媒を用いる。次に測定する液を光路に入れ換えて、このとき示す吸光度を読み取る。

波長及び吸光度目盛りの校正

波長目盛りは、通例、石英水銀アーク灯若しくはガラス水銀アーク灯の239.95nm, 253.65nm, 302.15nm, 313.16nm, 334.15nm, 365.48nm, 404.66nm, 435.83nm, 546.10nmの波長又は重水素放電管の486.00nm, 656.10nmの波長を用いて校正する。

吸光度目盛りは、重クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末とし、100～110℃で3～4時間乾燥した後、その約0.06gを精密に量り、0.005mol/l硫酸を加えて溶かし、正確に1.000mlとした液を用いて校正する。この液の $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ は、波長235nm(極小)、257nm(極大)、313nm(極小)及び350nm(極大)において、それぞれ123.9～126.2(基準値124.5)、142.4～145.7(基準値144.0)、47.0～50.3(基準値48.6)及び104.9～108.2(基準値106.6)である。

17. 色価測定法

色価測定法は、吸光度を測定することにより、着色料中の色素濃度(色価)を測定する方法である。通例、色価は、着色料溶液の可視部での極大吸収波長における吸光度を測定し、10w/v%溶液の吸光度に換算した数値($E_{1\text{cm}}^{10\%}$)で表す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、吸光度の測定には、検液の吸光度が、0.3～0.7の範囲に入るように調整したものを用いる。

別に規定するもののほか、表示された色価により、表に示される試料の量を精密に量り、メスフラスコに入れ、別に規定する溶媒約10mlを加えて溶かし、更に溶媒を加えて正確に100mlとし、必要があれば遠心分離又はろ過し、試料溶液とする。この試料溶液を吸光度測定用の検液とし、必要があれば表に示される希釈倍率に従って正確に希釈する。

別に規定するもののほか、検液を調製した溶媒を対照とし、別に規定する波長で液層の長さ1cmでの吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。色価の測定は、調製後の退色による影響を避けるため、検液の調製後、速やかに行うものとする。

$$\text{色価} = \frac{10 \times A \times F}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、F：測定吸光度が、0.3～0.7の範囲に入るように調整するための希釈倍率

色価	測定濃度(%)	吸光度	希 積 方 法	希積液量(ml)	F
20	0.25	約0.5	0.25g→100ml	100	1
50	0.10	0.5	0.1g→100ml	100	1
100	0.05	0.5	0.5g→100ml→10ml→100ml	1,000	10
200	0.03	0.6	0.6g→100ml→5ml→100ml	2,000	20
400	0.015	0.6	0.3g→100ml→5ml→100ml	2,000	20
500	0.01	0.5	0.2g→100ml→5ml→100ml	2,000	20
700	0.01	0.7	0.2g→100ml→5ml→100ml	2,000	20
800	0.00625	0.5	0.25g→100ml→5ml→200ml	4,000	40
900	0.005	0.45	0.2g→100ml→5ml→200ml	4,000	40
1,000	0.006	0.6	0.3g→100ml→5ml→250ml	5,000	50
1,500	0.004	0.6	0.4g→100ml→5ml→50ml→5ml→50ml	10,000	100
2,000	0.003	0.6	0.3g→100ml→5ml→50ml→5ml→50ml	10,000	100
2,500	0.002	0.5	0.2g→100ml→5ml→50ml→5ml→50ml	10,000	100

備考：表の色価を超える場合は、希釈倍率を調整して測定する。

18. 重金属試験法

重金属試験法は、試料中に混在する重金属の許容される限量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって呈色する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

以下、本試験を用いる場合において、例えば、「Pbとして20 μ g/g以下(1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)」とあるのは、本品1.0gを量り試料とし、比較液には鉛標準液2.0mlを用い、第1法により操作し、試験を行うとき、重金属が、Pbとして20 μ g/g以下であることを示す。

操 作 法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約40mlを加えて溶かし、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。

別のネスラー管に別に規定する量の鉛標準液を量って入れ、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のるつぼに入れ、緩くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸2ml及び硫酸5滴を加え、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、450～550℃で灰化するまで強熱する。冷後、塩酸2mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、熱湯10mlを加えて2分間加温する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。更に酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のるつぼに硝酸2ml、硫

酸5滴及び塩酸2mlを入れ、加熱して蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。更に別に規定する量の鉛標準液、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。

ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

第3法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、王水1mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸3滴で潤し、熱湯10mlを加えて2分間加温する。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤くなるまで加えた後、酢酸溶液(1→20)2mlを加え、必要がある場合はろ過し、水10mlで洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50mlとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに王水1mlを入れ、水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製の場合と同様に操作し、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、別に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50mlとし、比較液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→10)10mlを加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸1mlを加え、注意して加熱した後、500~600℃で強熱して灰化する。この方法で炭化物が残る場合は、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸3mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、この残留物を塩酸3滴で潤し、水10mlを加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。更に、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→10)10mlをとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸1mlを加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。更に、別に規定する量の鉛標準液、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。

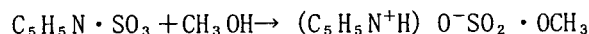
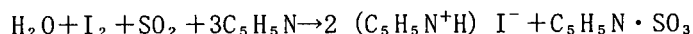
ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、両ネスラー管を白色の背景を用い、上方及び側方から観察するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

19. 水分測定法(カールフィッシャー法)

水分測定法は、メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在下で、水がヨウ素及び二酸化硫黄と次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である。



測定法には、容量滴定法と電量滴定法がある。

容量滴定法は、反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ、試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より、水分を測定する方法である。

電量滴定法は、ヨウ化物イオンを混合した水分測定用試液を用い、電解によりヨウ素を発生させる。ヨウ素が定量的に水と反応することから、電解に要した電気量に基づき水分を測定する方法である。

以下、本試験を用いる場合において、例えば、「4.0%以下(0.5g, 逆滴定)」とあるのは、試料約0.5gを精密に量り、容量滴定法の逆滴定により試験するとき、その水分が試料の採取量の4.0%以下であることを示す。

1. 容量滴定法

装 置

通例、自動ビュレット、逆滴定フラスコ、かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる。

水分測定用試液は、吸湿性が非常に強いので、装置は、外部からの吸湿を防ぐように工夫する。防湿にはシリカゲル又は水分測定用塩化カルシウム等を使用する。

操 作 法

水分測定用試液による滴定は、湿気を避けて行い、原則として、これを標定したときの温度と同一の温度で行う。

被滴定液中に2本の白金電極を浸し、可変抵抗器を適当に調整して電極間に微小電圧を加え、水分測定用試液を滴下するとき変化する電流(マイクロアンペア)を測定する(定電圧分極電流滴定法)。滴定の進むにつれて回路中の電流が大きくなり変化し、数秒で再び元の位置に戻る。滴定の終点に達すると、この電流の変化が30秒間又はそれ以上の間持続する。この状態になったときを滴定の終点とする。

または、電極間に微小電流を流しておき、水分測定用試液を滴下するとき変化する電位差(ミリボルト)を測定する(定電流分極電位差滴定法)。滴定の途中で回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し、消極状態となり、数秒で再び元の状態に戻る。滴定の終点に達すると、消極状態が一定時間持続する(通例、10~30秒間又はそれ以上)。この状態になったときを滴定の終点とする。

ただし、逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に残存する間は、電流計の針が振り切れ、終点に達すると急に元の位置に戻る。定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は、ミリボルトメーターの値が元の位置にあり、終点に達すると一定の電圧がかかる。

水分測定用試液による滴定は、別に規定するもののほか、次のいずれの方法によってもよい。終点は、通例、逆滴定を行う場合の方が明りょうに判別できる。

(1) 直接滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール25mlを乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで加える。次に、別に規定するもののほか、水分10~50mgを含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、その垂質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて30分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。

なお、試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

$$\text{水分 (H}_2\text{O)} = \frac{\text{水分測定用試液の滴定量 (ml)} \times f}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

(2) 逆滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール20mlを乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を加える。次に、水分10

～50mgを含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて30分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で滴定を行う。

$$\text{水分 (H}_2\text{O)} = \frac{\left[\begin{array}{l} \text{水分測定用} \\ \text{試液の量 (ml)} \end{array} \times f \right] - \left[\begin{array}{l} \text{水・メタノール標準} \\ \text{液の滴定量 (ml)} \end{array} \times f' \right]}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

ただし、 f ：水分測定用試液の1mlに対応する水(H₂O)のmg数

f' ：水・メタノール標準液1ml中の水(H₂O)のmg数

2. 電量滴定法

装 置

通例、ヨウ素発生用電解槽、かき混ぜ機、滴定フラスコ及び定電流分極電位差滴定装置からなる。

ヨウ素発生用電解槽は、隔壁で隔てられた陽極及び陰極で構成され、陽極は水分測定用陽極液（発生液）中に、陰極は水分測定用陰極液（対極液）中に浸される。通例、両極とも白金網が用いられる。

水分測定用試液は吸湿性が非常に強いので、装置は外部からの吸湿を防ぐようにする。防湿には、シリカゲル、水分測定用塩化カルシウム等を用いる。

操 作 法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後、この液中に定電流分極電位差滴定装置の一对の白金電極又は双白金電極を浸す。別に、水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生装置を水分測定用陽極液中に浸す。あらかじめ電解電流を流して、滴定フラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分1～5mgを含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら終点まで滴定する。試料が陽極液に溶けないときは、手早く粉末とし、その重量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて5～30分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量(C)（電流(A)×時間(秒)）を測定し、次の式により試料中の水分(%)を求める。

なお、試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

$$\text{水分 (H}_2\text{O)} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量 (C)}}{10.72 \times \text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

20. 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は、赤外吸収スペクトルが物質の化学構造によって一定である性質を利用し、波数4,000～6400cm⁻¹の赤外線が試料を通過するときに吸収される量を各波数について測定することにより、試料を確認又は定量する方法である。赤外吸収スペクトルは、横軸に波数を、縦軸に透過率(%)又は吸光度をとったグラフで示す。

別に規定するもののほか、試料による吸収スペクトルを確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比較し、同一波数のところに同

様の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、標準品の吸収スペクトル又は参照スペクトルと異なるときは、試料を標準品と成分規格・保存基準各条において規定する同一の条件で処理した後、再測定する。

二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なったものであり、それらの分解能には差がある。装置の分解能の差に基づく波数の変動は $4,000\sim 2,000\text{cm}^{-1}$ の波数領域で最大となる。ただし、フーリエ変換形赤外分光光度計の分解能は波数によらず一定であるため、その波数精度は全波数領域において不変である。

なお、~~参照スペクトルは~~成分規格・保存基準各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、~~通例、~~波数 $4,000\sim 640\text{cm}^{-1}$ における参照スペクトルが、試薬・試液等の項の114.参照赤外吸収スペクトルに掲載されている。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。

装置及び操作法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる。

~~赤外分光光度計の使用に際しては、付属の取扱説明書に従って調整する。吸光度の直線性は、透過率(%) 20～80%の間で±1%以内とする。透過率(%)の再現性は、2回繰り返し測定して±0.5%以内とする。波数の再現性は、波数 $3,000\text{cm}^{-1}$ 付近で± 5cm^{-1} 以内及び $1,000\text{cm}^{-1}$ 付近で± 1cm^{-1} 以内とする。また、ポリスチレン膜(厚さ約 0.03mm)を測定したとき、次の図のような波数の吸収位置を示すスペクトルを得ることができるように調整しておく。あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの $2,870\text{cm}^{-1}$ 付近の極小と $2,851\text{cm}^{-1}$ 付近の極大における透過率(%)の差は18%以上である。また、 $1,589\text{cm}^{-1}$ 付近の極小と $1,583\text{cm}^{-1}$ 付近の極大の透過率(%)の差は12%以上である。波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の吸収帯のうち、いくつかを用いて補正する。なお、()内の数値はこれらの値が定められたときの測定精度を表す。~~

<u>$3,027.1 (\pm 0.3)$</u>	<u>$1,801.6 (\pm 0.3)$</u>	<u>$1,069.1 (\pm 0.3)$</u>
<u>$2,924 (\pm 2)$</u>	<u>$1,601.4 (\pm 0.3)$</u>	<u>$1,028.0 (\pm 0.3)$</u>
<u>$2,850.7 (\pm 0.3)$</u>	<u>$1,583.1 (\pm 0.3)$</u>	<u>$906.7 (\pm 0.3)$</u>
<u>$1,944 (\pm 1)$</u>	<u>$1,181.4 (\pm 0.3)$</u>	<u>$698.9 (\pm 0.5)$</u>
<u>$1,871.0 (\pm 0.3)$</u>	<u>$1,154.3 (\pm 0.3)$</u>	

~~ポリスチレン膜の $3,000\sim 1,000\text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき、透過率の差は0.5%以内、波数の差は $3,000\text{cm}^{-1}$ 付近で 5cm^{-1} 、 $1,000\text{cm}^{-1}$ 付近で 1cm^{-1} 以内とする。~~

~~—図 略—~~

試料の調製及び測定

~~試料は別に規定するもののほか、各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものを~~用いる。試料は主な最も強い吸収帯の透過率(%)が~~20.5~~ $20.5\sim 80\%$ の範囲になるように、次のいずれかの方法によって試料を調製する。窓板は~~塩化ナトリウム、臭化カリウムなど又は臭化ヨウ化キ~~ NaCl 、 KBr 、 KJ を使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

~~各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4,000\sim 600\text{cm}^{-1}$ の範囲で測定す~~

る。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

- (1) 臭化カリウム錠剤法 固体試料 1～2mgをめのう製乳鉢で粉末とし、これに及び乾燥した赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム0.10g～0.20mgを加えめのう製乳鉢に入れ、湿気を吸わないように注意し手早く、速やかによくすり粒度を小さくして完全に混ぜ合した後、錠剤成形器に入れ、0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm²) 当たりに対して50g～1,000g (5,000～10,000kg) /cm²の圧力を5～8分間加えかきつけて透明な錠剤を製成し、測定する。通例、同様にして対照臭化カリウム錠剤を製する。
- (2) 溶液法 各条に規定する方法で調製した固体又は液体試料を別に規定する溶媒に溶かし、検液を液体用固定セルに注入し、通例、検液の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。補償光路側には同じ溶媒を置く。固定セルの厚さは、通例、0.1mm又は0.5mmとする。
- (3) ペースト法 固体試料 5～10mgをめのう製乳鉢で粉末とし、を細かく砕き、流動パラフィン 1～2滴を加えて乳鉢中でよく練り合わせ、試料ペーストを製する。調製した試料ペーストを1枚の窓板の中心部に薄く広げた後、空気が入らないように注意しながら、別2枚の窓板での間に挟んで測定する。
- (4) 液膜法 液体試料 1～2滴を2枚の窓板の間に挟み、窓板の間にできた液層を測定する。液層を厚くする必要がある場合は、アルミニウム箔などを2枚の窓板の間に挟み、その中に液体試料がたまるようにする。
- (5) 薄膜法 試料を薄膜のまま、又は各条に規定する方法によって薄膜を調製した後、別に規定する溶媒に溶かし、1枚の窓板に塗り、熱風を当てて溶媒を取り去った後、この窓板に付着した薄膜を測定する。ただし、試料が厚さ約0.02mm以下のフィルム状のものである場合は、そのまま測定する。
- (6) 気体試料測定法 排気した5～10cmの長さの光路をもつ気体セルに、試料を別に規定する圧で入れて測定する。必要に応じて1 m以上の光路をもつ長光路セルを用いることもある。

21. 濁度試験法

濁度試験法は、成分規格・保存基準各条の溶状の項に定めた溶媒に対する溶解性を科学的、客観的に判定するための方法である。溶状を観察することにより、物質固有の性状、不純物の存在などを簡単に判別することができる。

以下、本試験法を用いる場合の溶状の項において、例えば、「ほとんど澄明 (1.0g, 水20ml)」とあるのは、本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かした液は、ほとんど澄明であることを示す。

操作法

(1) 検液の調製

別に規定するもののほか、溶状の項に規定した溶液をネスラー管内で調製し、検液とする。

(2) 標準液の調製

濁度標準原液 0.1mol/L塩酸14.1mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとする。この液1mlは、塩素 (Cl) 1mgを含む。

濁度標準液 濁度標準原液1mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液1mlは、塩素 (Cl) 0.01mgを含む。

(3) 基準液の調製

澄明 濁度標準液0.2mlを量り、水を加えて20mlとする。この液に硝酸(1→3) 1ml, 2w/v%デキストリン溶液0.2ml及び2w/v%硝酸銀溶液1mlを加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて15分間放置する。~~ただし、澄明と規定された液は、浮遊物などの異物の混入をほとんど認めない。~~

ほとんど澄明 濁度標準液0.5mlを量り、水を加えて20mlとする。この液に硝酸(1→3) 1ml, 2w/v%デキストリン溶液0.2ml及び2w/v%硝酸銀溶液1mlを加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて15分間放置する。~~ただし、ほとんど澄明と規定された液は、浮遊物などの異物の混入をほとんど認めない。~~

わずかに微濁 濁度標準液1.2mlを量り、水を加えて20mlとする。この液に硝酸(1→3) 1ml, 2w/v%デキストリン溶液0.2ml及び2w/v%硝酸銀溶液1mlを加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて15分間放置する。

微濁 濁度標準液6mlを量り、水を加えて20mlとする。この液に硝酸(1→3) 1ml, 2w/v%デキストリン溶液0.2ml及び2w/v%硝酸銀溶液1mlを加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて15分間放置する。

混濁 濁度標準原液0.3mlを量り、水を加えて20mlとする。この液に硝酸(1→3) 1ml, 2w/v%デキストリン溶液0.2ml及び2w/v%硝酸銀溶液1mlを加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて15分間放置する。

(4) 試験

別に規定するもののほか、検液と同容量の基準液をネスラー管にとり、直射日光を避けて、上方及び側方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、規定する用語に対応する基準液の示す濁度より濃くない。また、澄明又はほとんど澄明と規定された液は、浮遊物などの異物の混入をほとんど認めないこととする。

22. タール色素試験法

タール色素試験法は、タール色素の純度試験及び定量に用いる。

1. 水不溶物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.20%以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、水不溶物が、0.20%以下であることを示す。

操作法

あらかじめろつば形ガラスろ過器(1G4)を135℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、垂質量を精密に量る。

試料2.0gを正確に量り、熱湯200mlを加えてよく振り混ぜた後、放冷し、不溶物を先のガラスろ過器でろ過し、洗液が無色となるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに135℃で3時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、垂質量を精密に量る。

2. 塩化物及び硫酸塩

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「総量として5.0%以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムが、総量として5.0%以下であることを示す。

操作法

試料約0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に塩化物イオン及び硫酸イオンの標準原液それぞれ0.2ml, 1ml, 10ml及び50mlを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液、標準液及び標準原液をそれぞれ20 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき~~、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まずそれぞれの標準液及び標準原液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からそれぞれのイオンの量を求め、得られたイオン量に塩化物イオンは1.65、硫酸イオンは1.48を乗じ、検液中の塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。

操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム充てん剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径4.6~6.0mm, 長さ5~10cmのステンレス管又はプラスチック管

ガードカラム カラムと同一の内径で同一の充てん剤を充てんしたもの。

移動相溶離液 2.5mmol/Lフタル酸と2.4mmol/Lトリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水溶液 (pH4.0)

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

流量速 1.5 ml/分

3. ヨウ化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.40%以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、ヨウ化ナトリウムが、0.40%以下であることを示す。

操作法

試料約0.030mgを精密に量り、水を加えて溶かして正確に10mlとし、検液とする。別にヨウ化物イオンの標準原液0.5ml, 1ml, 10ml及び50mlを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液、標準液及び標準原液をそれぞれ100 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき~~塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まず標準液及び標準原液のそれぞれのヨウ化物イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液のヨウ化物イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に1.18を乗じ、検液中のヨウ化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

4. 臭化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「1.0%以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、臭化ナトリウムが、1.0%以下であることを示す。

操作法

試料約0.050mgを精密に量り、水を加えて溶かして正確に10mlとし、検液とする。別に臭化物イオンの標準原液0.5ml, 1ml, 10ml及び50mlを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液、標準液及び標準原液をそれぞれ20 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき~~塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。次に標準液及び標準原液の臭化物イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。更に検液の臭化物イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に1.29を乗じ、検液中の臭化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

5. 重 金 属

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下（タール色素試験法、重金属(5)）」とあるのは、次の(5)の方法によるとき、重金属が、Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下であることを示す。

操 作 法

別に規定するもののほか、試料2.5gを量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、更に硫酸1mlを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、電気炉に入れ、 $450\sim 550^\circ\text{C}$ で灰化するまで強熱した後、放冷する。これに塩酸3mlを加えてかき混ぜ、更に水7mlを加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5ml及び水5mlで洗い、洗液をろ液に合せてA液とし、これに水を加えて50mlとし、試料液とする。なお、クロム及びマンガンの試験を行う場合は、以下のとおりとする。

先のろ紙上の残留物をろ紙とともに 105°C で乾燥後、白金製のろつぼに入れ、約 450°C で加熱灰化する。これに無水炭酸ナトリウム2gを加え、加熱し融解させ、冷後、水10mlを加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるろつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて50mlとし、試料液とする。

また、空試験液を試料液の場合と同様に操作して調製する。

- (1) 亜鉛 試料液2.5mlを量り、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別に空試験液2.5mlを量り、亜鉛標準液2.5ml、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (2) クロム 別に規定するもののほか、試料液5.0mlを量り、塩酸(1→4)5ml及び水を加えて25mlとし、検液とする。別に空試験液10.0mlを量り、クロム標準液10.0ml、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ クロム中空陰極ランプ

分析線波長 357.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (3) 鉄 試料液2.0mlを量り、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別に空試験液2.0mlを量り、鉄標準液5.0ml、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (4) マンガン 別に規定するもののほか、試料液4.0mlを量り、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別に空試験液4.0mlを量り、マンガン標準液1.0ml、塩酸(1→4)10ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ マンガン中空陰極ランプ

分析線波長 279.5nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (5) その他の重金属 試料液20mlを量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液が紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸(1→4)2mlを加え、必要があればろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて50mlとし、検液とする。別に空試験液20mlを量り、ネスラー管に入れ、鉛標準液2.0ml及びフェノールフタレイン試液1滴を加え、検液の場合と同様に操作して、比較液とする。次に、両液に硫化ナトリウム試液を2滴ずつを加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

6. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 As_2O_3 として $4.0\mu g/g$ 以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、 As_2O_3 として $4.0\mu g/g$ 以下であることを示す。

操作法

試料0.50gを正確に量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、これに硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)20mlを加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して $450\sim 550^\circ C$ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して $450\sim 550^\circ C$ で灰化する。冷後、残留物に塩酸6mlを加え、必要があれば水約10mlを加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に25mlとし、検液とする。別に、ヒ素標準液2.0ml及び水を加えて25mlとし、比較液とする。検液及び比較液につきヒ素試験法の装置Cを用いる方法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

7. 他の色素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素試験法、他の色素(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。

操作法

- (1) 試料0.10gを正確に量り、水を加えて溶かして100mlとし、検液とする。検液 $2\mu l$ を量り、対照液を用いず、 n -ブタノール/1%アンモニア溶液/無水エタノール混液(6:3:2)を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用2号を用い、展開溶媒が約15cm上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。
- (2) 25%エタノール/5%アンモニア溶液の混液(1:1)を展開溶媒として(1)と同様に行う。
- (3) 試料0.30gを量り、水を加えて溶かして100mlとし、この液10mlを量り、水を加えて100mlとして検液とし、アセトン/酢酸イソアミル/イソアミルアルコール/水/プロピオン酸混液(20:13:

5 : 5 : 2) を展開溶媒として(1)と同様に行う。ただし、展開溶媒が約30cm上昇したとき展開をやめる。

(4) 試料0.10gを量り、~~水を加えて~~に溶かして200mlとして検液とし、(1)と同様に行う。

8. 副成色素

別に規定する量の試料約100mgを精密に量り、別に規定する溶液~~を加えて~~に溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に規定された副成色素を減圧デシケーター中で24時間乾燥し、それぞれ0.010=0mgを量り、別に規定した溶液~~を加えて~~に溶かして正確に100mlとし、標準原液とする。これらの標準原液1ml、2ml、5ml及び10mlの別に規定する量を正確に量り、標準原液の調製に用いた溶液~~それぞれに別に規定する溶液を加えて~~それぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき~~、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液のそれぞれの色素のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の副成色素のピーク面積を測定し、検量線からそれぞれの色素量を求め、その合計値を求める。

操作条件

検出器 可視部吸光光度計検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

カラム充てん剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシリル化シリカゲル
~~ラン~~

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

流量速 1ml/分

9. 未反応原料及び反応中間体

試料約0.100mgを精密に量り、別に規定する溶液~~を加えて~~に溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に規定された未反応原料及び反応中間体を減圧デシケーター中で24時間乾燥し、それぞれ0.010=0mgを量り、別に規定した溶液~~を加えて~~に溶かして正確に100mlとし、標準原液とする。これらの標準原液1ml、2ml、5ml及び10ml~~5.0ml、2.0ml及び1.0ml~~を正確に量り、標準原液の調製に用い~~別に規定した溶液を加えて~~それぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき~~、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 紫外部吸光光度計検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

カラム充てん剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用化学結合型オクタデシルシリル化シリカゲル
~~ラン~~

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

流量速 1ml/分

10. 非スルホン化芳香族第一級アミン

(1) 本試験法を用いる場合において、例えば、「アニリンとして0.01%以下 (タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、非スルホン化芳香族第一級アミンが、アニリンとして0.01%以下であることを示す。

操作法

試料約2.0gを精密に量り、水100mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水

酸化ナトリウム溶液（4→100）5 ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液（4→1,000）で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液を、~~薄めた~~塩酸（3→10）10mlで3回抽出し、塩酸抽出液を合わせ、水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。試料液10mlを正確に試験管にとり、10分間氷中で冷やし、臭化カリウム溶液（1→2）1 ml及び亜硝酸ナトリウム溶液（1→30）0.05mlを加えて混和し、10分間氷中で放置する。この混和液を、あらかじめ0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩溶液1 ml及び無水炭酸ナトリウム溶液（1→10）10mlを入れた25mlのメスフラスコに、水で洗い移して正確に25mlとし、15分間暗所で放置し、検液とする。別に、アニリン0.010mgを量り、~~薄めた~~塩酸（3→10）30mlに~~を~~加えて溶かし、更に水を加えて正確に100mlとする。この溶液2.0 mlを正確に量り、~~薄めた~~塩酸（3→10）30mlを加えて、更に水を加えて正確に100mlとし、この液を試料液と同様に操作して比較液とする。検液測定の場合は、試料液10.0mlを25mlのメスフラスコに正確にとり、0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩溶液1 ml及び無水炭酸ナトリウム溶液（1→10）10mlを入れ、水を加えて正確に25mlとし、対照液とする。比較液測定の場合は、~~薄めた~~塩酸（3→10）40.0mlに、0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩溶液1 ml及び無水炭酸ナトリウム溶液（1→10）10mlを入れ、水を加えて正確に25mlとし、対照液とする。それぞれの液につき、510nmで吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

- (2) 本試験法を用いる場合において、例えば、「 α -ナフチルアミンとして1.0 μ g/g以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、 α -ナフチルアミンが1.0 μ g/g以下であることを示す。

操作法

試料約1gを精密に量り、水50mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液（4→100）5 ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液（4→1,000）で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸（0.15→1,000）0.5mlを加え、45℃で減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム溶液（0.3→100）とメタノールの等量混合液1.0mlを加え、検液とする。別に α -ナフチルアミン0.010mgを量り、~~薄めた~~塩酸（3→10）3mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に10mlとし、標準原液とする。この標準原液1.0mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液（1.54→1,000）を加え、正確に100mlとする。この溶液1.0ml、2.0ml、5.0ml及び10.0mlを正確に量り、これに操作条件に示す移動相を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ100 μ lずつを量り、それぞれの液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の α -ナフチルアミンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の α -ナフチルアミンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を α -ナフチルアミンとして求める。

操作条件

検出器 紫外線吸光度計検出器（測定波長 304nm）

カラム充てん剤 5 μ mの化学結合型液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 メタノール500mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液（1.54→1,000）を加え、1,000ml

としたもの。

流量速 1 ml/分

- (3) 本試験法を用いる場合において、例えば、「*p*-クレシジンとして10 μg/g以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、*p*-クレシジンが10 μg/g以下であることを示す。

操作法

試料約1gを精密に量り、水50mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液（4→100）5ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液（4→1,000）で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸（0.15→1,000）0.5mlを加え、45℃で減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム（0.3→100）とメタノールの等量混合液1.0mlを加え、検液とする。別に*p*-クレシジン0.100mgを量り、~~薄めた~~塩酸（3→10）30mlに~~を加えて~~溶かし、更に水を加えて正確に100mlとし、標準原液とする。この標準原液10mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液（1.54→1,000）を加え、正確に100mlとする。この溶液~~1.4→1ml, 2.2→1ml, 5.5→1ml~~及び10→1mlを正確に量り、これに操作条件~~に~~示す移動相を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ100 μlずつを量り、~~それぞれの液につき~~次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の*p*-クレシジンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の*p*-クレシジンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を*p*-クレシジンとして求める。

操作条件

検出器 紫外線吸収光度計検出器（測定波長 290nm）

カラム充てん剤 5 μmの液体クロマトグラフィー用化学結晶型オクタデシルシリル化シリカゲル~~シリカ~~

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 メタノール400mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液（1.54→1,000）を加え、1,000mlとしたもの。

流量速 1 ml/分

11. 定量法

(1) 三塩化チタン法

- (i) 別に規定する量の検液を正確に量り、500mlの広口三角フラスコに入れ、クエン酸ナトリウム15g及び水を加えて約200mlとし、この液中に二酸化炭素を通じながら、かつ同時に激しく煮沸しながら0.1mol/l三塩化チタン溶液で滴定する。終点は、試料の固有の色が消えたときとする。
- (ii) クエン酸ナトリウムの代わりに酒石酸水素ナトリウム15gを用いて(i)と同様に行う。
- (iii) クエン酸ナトリウムの代わりに酒石酸水素ナトリウム15gを用いて(i)と同様に行う。ただし、指示薬としてライトグリーンSF黄口溶液（1→1,000）10mlを用い、別に空試験を行い補正する。
- (iv) クエン酸ナトリウムの代わりに酒石酸ナトリウム20gを用いて(i)と同様に行う。終点は、試料の固有の色が消え、だいたい色を呈したときとする。

- (2) 重量法 あらかじめるつぼ形ガラスろ過器（1G4）を135℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、重量を精密に量る。別に規定する量の検液を正確に量り、500mlのビーカーに入れ、煮沸した後、塩酸（1→50）25mlを加え、再び煮沸する。次にビーカーの内壁を水約5mlで洗い、時計皿で覆い、水浴上で約5時間加熱した後、放冷する。沈殿は先のガラスろ過器でろ過し、容器