

及び沈殿を塩酸（1→200）10mlずつで3回洗い，更に水約10mlずつで2回洗う。この沈殿を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。

### 23. タール色素レーキ試験法

タール色素レーキ試験法は，タール色素レーキの純度試験及び定量に用いる。

#### 1. 塩酸及びアンモニア不溶物

以下，本試験法を用いる場合において，例えば，「0.5%以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは，次の方法によるとき，塩酸及びアンモニア不溶物が，0.5%以下であることを示す。

##### 操作法

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，垂質量を精密に量る。

試料約2gを精密に量り，水20mlを加えて混和した後，塩酸20mlを加えてよくかき混ぜ，更に熱湯300mlを加えてよく振り混ぜる。次に容器を時計皿で覆い，水浴上で30分間加熱した後，放冷し，上澄液を先のるつぼ形ガラスろ過器でろ過する。容器内の不溶物は水約30mlを用いてろ過器に移し，更に容器・ガラスろ過器上の不溶物を水5mlずつで2回洗い，その後ガラスろ過器上の不溶物を1%アンモニア溶液で洗液がほとんど無色となるまで洗った後，塩酸（1→35）10mlで洗い，次に洗液が硝酸銀溶液（1→50）で変化しなくなるまで水で洗い，ガラスろ過器とともに135℃で3時間乾燥し，デシケーター中に放冷した後，垂質量を精密に量る。

#### 2. ヨウ化物

以下，本試験法を用いる場合において，例えば，「0.20%以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは，次の方法によるとき，ヨウ化ナトリウムが，0.20%以下であることを示す。

##### 操作法

試料約0.060mgを精密に量り，水10mlを正確に量って加え，約30分間時々振り混ぜた後，乾燥ろ紙でろ過し，ろ液を検液とする。別にヨウ化物イオン標準原液0.5ml，1ml，10ml及び50mlを正確に量り，それぞれ水を加えて，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100μl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。

##### 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。

溶離液移動相 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℃

流量速 1.5ml/分

### 3. 重金属

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Znとして50 $\mu$ g/g以下（タール色素レーキ試験法、重金属(1)）」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、重金属が、Znとして50 $\mu$ g/g以下であることを示す。

#### 操作法

試料2.5gを量り、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、放冷し、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、450～550℃で灰化するまで強熱し、放冷する。これに塩酸5ml及び硝酸1mlを加えて塊を十分に砕き、水浴上で蒸発乾固する。更に、塩酸5mlを加えて塊を十分に砕き、再度水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）約30mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。次にこの残留物に塩酸（1→4）10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。更に容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5ml及び水5mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、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10.0ml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10.0ml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) 鉄 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、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

- (3) その他の重金属 試料液20mlを量り、ネスラー管に入れ、酢酸アンモニウム溶液（1→10）を加えてpHを約4とした後、水を加えて50mlとし、検液とする。別に空試験液20ml及び鉛標準液2.0mlを量り、ネスラー管に入れ、検液の場合と同様に操作して、比較液とする。両液に硫化ナトリウム試液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。

### 4. バリウム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Baとして500 $\mu$ g/g以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、バリウムが、Baとして500 $\mu$ 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、白金製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、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、450～550℃で3時間強熱する。冷後、無水炭酸ナトリウム5gを加えてよく混和した後、ふたをして加熱し、融解する。更に10分間加熱を続け、冷後、水20mlを加え、水浴上で加熱し、融解物を溶かす。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が硫酸塩の反応を呈さなくなるまで水で洗う。次にろ紙上の残留物をろ紙とともにビーカーに移し、塩酸(1→4)30mlを加え、よく振り混ぜた後、煮沸する。冷後、ろ過し、ろ紙上の残留物を水10mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水5mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、塩酸(1→4)0.25mlを加え、よく混和した後、水を加えて25mlとし、検液とする。別に、バリウム標準液0.5ml、塩酸(1→20)0.25ml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、誘導結合プラズマ発光強度測定法により試験を行うとき、検液の発光強度は、比較液の発光強度以下である。

## 5. ヒ 素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下(タール色素レーキ試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下であることを示す。

### 操 作 法

試料0.50gを量り、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→10)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450～550℃で灰化する。なお炭化物が残る場合は、少量の硝酸で潤し、再び強熱して450～550℃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、水浴上で加熱し、冷後、水を加えて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。

## 6. 他の色素レーキ

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

### 操 作 法

- (1) 試料のタール色素として0.10gを含む量を量り、酢酸(1→3)60mlを加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて100mlとし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液2μlを量り、対照液を用いず、1<sub>H</sub>-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) 酢酸(1→3)の代わりに1%アンモニア溶液を用い、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) 試料の色素酸としての0.050mgを含む量を量り、(1)と同様に行う。
- (4) 酢酸(1→3)の代わりに酢酸(1→20)を用い、(1)と同様に行う。

## 7. 定 量 法

- (1) 別に規定する量の試料を精密に量り、500mlの広口三角フラスコに入れ、硫酸(1→20)20mlを加え、よく振り混ぜた後、熱湯50mlを加え、加熱して溶かす。更に熱湯150mlを加えた後、クエン酸ナトリウム15gを加え、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<sub>+</sub>

- 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。
- (2) 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(1)と同様に行う。
- (3) 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(1)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。

#### 24. 窒素定量法

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し、硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを定量する方法である。

##### (1) ケルダール法

###### 装 置

概略は、次の図による。ただし、接続部は、すり合わせにしてもよい。

— 図 略 —

- A : 分解フラスコ (硬質ガラス製 容量約300ml)  
B : ガラス管  
C : アルカリ溶液注入用漏斗  
D : ゴム管 (BとCを連結する。途中にピンチコックが付けてある。)  
E : しぶき止め  
F : 蒸留管  
G : 冷却器  
H : 吸収用フラスコ (容量約300ml)

###### 操 作 法

別に規定するもののほか、窒素約20~30mgに対応する量の試料を精密に量り、分解フラスコAに入れ、硫酸カリウムの粉末5g、硫酸銅0.5g及び硫酸20mlを加える。次にAを約45°に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の透明な液となった後、更に1~2時間加熱する。冷後、水150mlを徐々に加え、冷却する。冷後、沸騰石又は粒状の亜鉛2~3粒を加え、装置を組み立てる。

吸収用フラスコHに0.05mol/l硫酸25mlを正確に量って入れ、更に水約50mlを加え、冷却器Gの下端をこの液中に浸す。次に、漏斗Cから水酸化ナトリウム溶液(2→5)85mlを徐々に加え、更に少量の水で洗い込み、ゴム管Dの部分のピンチコックを閉じ、Aを軽く揺り動かして内容物を混和した後、穏やかに加熱し、沸騰し始めたならば加熱を強めて、内容物の約2/3容量が留出するまで蒸留する。次にGの下端をHの液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、Gの下端を少量の水で洗い込み、Hの液中の過量の酸を0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の判定は、通例、電位差計を用いる。指示薬(プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴)を用いる場合の終点は、液の赤紫色が微灰黄色を経て微灰緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.05\text{mol/l硫酸 } 1\text{ ml} = 1.40\text{ mg N}$$

##### (2) セミマイクロケルダール法

###### 装 置

総硬質ガラス製で、その概略は次の図による。ただし、接続部は、すり合わせにしてもよい。装置

に用いるゴムは、すべて水酸化ナトリウム溶液（1→25）中で10～30分間煮沸し、次に水中で30～60分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

— 図 略 —

A：ケルダールフラスコ

B：水蒸気発生器（硫酸2～3滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。）

C：しぶき止め

D：給水用漏斗

E：蒸気管

F：アルカリ溶液注入用漏斗

G：ピンチコック付きゴム管

H：小孔（径は、管の内径にほぼ等しい。）

J：冷却器（下端は、斜めに切つである。）

K：吸収用フラスコ

#### 操 作 法

別に規定するもののほか、窒素2～3mgに対応する量の試料を精密に量り、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコAに入れ、これに硫酸カリウム10gと硫酸銅1gの混合物の粉末1gを加え、Aの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にAの内壁に沿って硫酸7mlを加える。

次にAを振り動かしながら、過酸化水素1mlを少量ずつ内壁に沿って注意して加える。Aをセラミック金網又はセラミック板上で加熱し、液が青色澄明となり、Aの内壁に炭化物を認めなくなった後、更に1～2時間加熱を続ける。必要があれば冷却した後、過酸化水素少量を追加し、再び加熱する。冷後、水20mlを注意しながら加えて冷却する。Aを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。吸収用フラスコKにはホウ酸溶液（1→25）15mlを入れ、適量の水を加え、冷却器Jの下端をこの液に浸す。漏斗Fから水酸化ナトリウム溶液（2→5）30mlを加え、注意して水10mlで洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管Gのピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液80～100mlを得るまで蒸留する。Jの下端を液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、少量の水でJの下端を洗い込み、0.005mol/l硫酸で滴定する。終点の判定は、通例、電位差計を用いる。指示薬（プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴）を用いる場合の終点は、液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.005mol/l硫酸1ml=0.140197mgN

#### 25. 定性反応試験法

定性反応試験法は、確認試験などにおいて用いる試験法である。別に規定するもののほか、試料の液の濃度は、約1%として行う。

##### 亜鉛塩

- (1) 亜鉛塩の中性～アルカリ性の溶液に硫化ナトリウム試液を加えるとき、帯白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸（1→20）を加えるとき溶けないが、更に塩酸（1→4）を加えるとき溶ける。
- (2) 亜鉛塩の溶液に新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液（1→10）を加えるとき、白色の沈殿

を生じる。沈殿を分離し、この一部に塩酸（1→4）を加えるとき溶けないが、他の一部に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき溶ける。

#### 亜塩素酸塩

- (1) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5 mlに塩酸（1→4）5 mlを加えるとき、黄色のガスを発生し、液は黄褐色を呈する。
- (2) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5 mlに過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1 mlを加え、これに硫酸（1→20）1 mlを加えるとき、液の赤紫色は消える。

#### 亜硝酸塩

- (1) 亜硝酸塩の溶液（1→20）に硫酸（1→20）を加えて酸性とするとき、特異なにおいのある黄褐色のガスを発生し、硫酸第一鉄の結晶少量を追加するとき、液は暗褐色を呈する。
- (2) 亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液2～3滴を加え、塩酸（1→4）を滴加するとき、液は黄褐色となり、次に黒紫色の沈殿を生じ、デンプン試液を追加するとき、液は濃青色を呈する。

#### 亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

- (1) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の酢酸酸性溶液にヨウ素・ヨウ化カリウム試液を滴加するとき、試液の色は消える。
- (2) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の溶液（1→20）を酢酸で酸性とし、調製した溶液と等容量の塩酸（1→4）を加えるとき、二酸化硫黄のにおいを発生し、液は濁らない。これに硫化ナトリウム試液1滴を追加するとき、液は直ちに白濁し、次にこの白濁は、黄色の沈殿に変わる。

#### アルミニウム塩

- (1) アルミニウム塩の溶液（1→20）に塩化アンモニウム溶液（1→10）及びアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) アルミニウム塩の溶液（1→20）に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) アルミニウム塩の溶液にわずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加え、アリザリンS溶液（1→1,000）5滴を追加するとき、沈殿の色は赤色に変わる。

#### 安息香酸塩

- (1) 安息香酸塩の溶液（1→20）に塩酸（1→4）を加えて酸性とするとき、結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、冷水でよく洗い、乾燥し、融点を測定するとき、約121～123℃である。
- (2) 安息香酸塩の溶液（1→20）を中和し、塩化第二鉄溶液（1→10）を加えるとき、淡黄赤色の沈殿を生じ、塩酸（1→4）を追加するとき、白色の沈殿に変わる。

#### アンモニウム塩

アンモニウム塩に過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えて加温するとき、アンモニアのにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤した赤色リトマス紙を青変する。

#### 塩化物

- (1) 塩化物の溶液（1→20）に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき、塩素のにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤したヨウ化カリウム・デンプン紙を青変する。
- (2) 塩化物の溶液に硝酸銀溶液（1→50）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸（1→10）を追加するとき溶けないが、他の一部に過量のアンモニア試液を追加するとき溶ける。

#### 過酸化物

- (1) 過酸化物の溶液に等容量の酢酸エチル及び重クロム酸カリウム溶液（3→40）1～2滴を加え、更

に硫酸（1→20）を加えて酸性とするとき、水層は青色を呈し、直ちに振り混ぜて放置するとき、青色は酢酸エチル層に移る。

(2) 過酸化物の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）を滴加するとき、泡立ち、液の色は消える。

#### カリウム塩

(1) カリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを用いて観察すると赤紫色を呈する。

(2) カリウム塩の溶液（1→20）を中和し、新たに調製した酒石酸水素ナトリウム溶液（1→10）を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。（ガラス棒で試験管の内壁をこすると、沈殿の生成が速くなる。）沈殿を分離し、これにアンモニア試液、水酸化ナトリウム溶液（1→25）又は無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）を加えるとき溶ける。

#### カルシウム塩

(1) カルシウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄赤色を呈する。

(2) カルシウム塩の溶液にシュウ酸アンモニウム溶液（1→30）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸（1→20）を加えるとき溶けないが、塩酸（1→4）を追加するとき溶ける。

#### クエン酸塩

(1) クエン酸塩の溶液（1→20）1～2滴にピリジン／無水酢酸混液（3：1）20mlを加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) クエン酸塩の溶液（1→10）を中和し、等容量の希硫酸を加え、その約2/3容量の過マンガン酸カリウム溶液（1→300）を加え、液の色が消えるまで加熱した後、臭素試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。

#### グリセロリン酸塩

(1) グリセロリン酸塩の溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えるとき、冷時は沈殿を生じないが、長く煮沸するとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) グリセロリン酸塩に等容量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ、直火で穏やかに加熱するとき、アクロレインの刺激臭を發する。

#### コハク酸塩

コハク酸塩の溶液（1→20）をpH6～7に調整し、この液5mlに塩化第二鉄液（1→10）1mlを加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

#### 酢酸塩

(1) 酢酸塩の溶液に硫酸を加えて加温するとき、酢酸のにおいを發する。

(2) 酢酸塩にエタノール及び少量の硫酸を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを發する。

(3) 酢酸塩の溶液（1→20）を中和し、塩化第二鉄溶液（1→10）を加えるとき、液は赤褐色を呈し、煮沸するとき、赤褐色の沈殿を生じる。これに塩酸を追加するとき、沈殿は溶け、液の色は黄色に変わる。

#### 次亜塩素酸塩

(1) 次亜塩素酸塩溶液5mlに塩酸2mlを加えるとき、ガスを發生して泡立つ。

(2) 次亜塩素酸塩の溶液（1→1,000）5mlに水酸化ナトリウム溶液（1→2,500）1ml及びヨウ化カリウム試液0.2mlを加えるとき、液は黄色となり、これにデンプン試液0.5mlを加えるとき、液は濃青色を呈する。

- (3) 次亜塩素酸塩の溶液 (1→4) 5 ml に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 0.1 ml を加え、これに硫酸 (1→20) 1 ml を加えるとき、液の赤紫色は退色しない (亜塩素酸塩との区別)。

#### 臭素酸塩

- (1) 臭素酸塩の溶液 (1→20) を硝酸で酸性とし、硝酸銀溶液 (1→50) 2～3 滴を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、加熱するとき、沈殿は溶ける。これに新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1 滴を追加するとき、淡黄色の沈殿を生じる。
- (2) 臭素酸塩の溶液 (1→20) を硝酸で酸性とし、新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 5～6 滴を加えるとき、液は黄～赤褐色を呈する。

#### 酒石酸塩

- (1) 酒石酸塩の溶液 (1→20) を中和し、これに硝酸銀溶液 (1→50) を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸を加えるとき、沈殿は溶ける。また他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき、沈殿は溶け、徐々に銀鏡を生じる。
- (2) 酒石酸塩の溶液 (1→20) に酢酸 (1→4) 2 滴、硫酸第一鉄試液 1 滴及び過酸化水素試液 2～3 滴を加え、更に過量の水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えるとき、液は赤紫～紫色を呈する。
- (3) 酒石酸塩の溶液 (1→20) 2～3 滴に、あらかじめレゾルシン溶液 (1→50) 2～3 滴及び臭化カリウム溶液 (1→10) 2～3 滴を加えた硫酸 5 ml を加え、水浴上で 5～10 分間加熱するとき、液は濃青色を呈する。これを冷却した後、過量の水の中に注ぐとき、液は赤色を呈する。

#### 硝酸塩

- (1) 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を加えてよく振り混ぜ、冷却した後、硫酸第一鉄試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じる。
- (2) 硝酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) を加えても、液の赤紫色は退色しない (亜硝酸塩との区別)。

#### 炭酸塩

- (1) 炭酸塩に塩酸 (1→4) を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる (炭酸水素塩と共通)。
- (2) 炭酸塩の溶液 (1→20) に硫酸マグネシウム溶液 (1→10) を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸 (1→20) を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 炭酸塩の溶液は、フェノールフタレイン試液を加えるとき、液は著しく紅色を呈する。(炭酸水素塩との区別)。

#### 炭酸水素塩

- (1) 炭酸水素塩に塩酸 (1→4) を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる (炭酸塩と共通)。
- (2) 炭酸水素塩の溶液 (1→20) に硫酸マグネシウム溶液 (1→10) を加えるとき、常温では沈殿を生じないが、煮沸するとき、白色の沈殿を生じる。
- (3) 炭酸水素塩の溶液は、フェノールフタレイン試液を加えるとき、液は紅色を呈せず、又は紅色を呈しても極めて薄い。(炭酸塩との区別)。

#### チオシアン酸塩

- (1) チオシアン酸塩の溶液に過量の硝酸銀溶液 (1→10) を加えるとき、白色の沈殿を生じ、沈殿を分離し、この一部に硝酸 (1→10) を追加したとき溶けないが、他の一部にアンモニア水を追加するとき溶ける。
- (2) チオシアン酸塩の溶液に塩化第二鉄溶液 (1→10) を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸

を加えるとき液の赤色は退色しない。

#### 鉄塩, 第一

- (1) 第一鉄塩の弱酸性溶液に新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液 (1 → 10) を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸 (1 → 4) 又は硝酸 (1 → 10) を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) 第一鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 又はアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じる。(これを振り混ぜるとき、沈殿の色は、速やかに灰緑色となり、次第に赤褐色に変わる。) これに硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、塩酸 (1 → 4) を追加するとき、沈殿は溶ける。

#### 鉄塩, 第二

- (1) 第二鉄塩の弱酸性溶液に新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1 → 10) を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸 (1 → 4) 又は硝酸 (1 → 10) を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) 第二鉄塩の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 又はアンモニア試液を加えるとき、赤褐色のゲル状の沈殿を生じ、硫化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿の色は黒色に変わる。沈殿を分離し、これに塩酸 (1 → 4) を加えるとき、沈殿は溶け、白濁する。
- (3) 第二鉄塩の中性～弱酸性溶液にチオシアン酸アンモニウム溶液 (2 → 25) を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸を加えるとき液の赤色は退色しない。

#### 銅塩, 第二

- (1) 第二銅塩の塩酸酸性溶液によく磨いた鉄片を浸して放置するとき、その表面に黄赤色の金属が析出する。
- (2) 第二銅塩の溶液に少量のアンモニア試液を加えるとき、淡青色の沈殿を生じ、アンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶け、液は濃青色を呈する。
- (3) 第二銅塩の溶液に新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1 → 10) を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じ、この一部に酢酸 (1 → 20) を追加するとき、沈殿は溶けないが、他の一部にアンモニア試液を追加するとき溶け、液は濃青色を呈する。

#### ナトリウム塩

- (1) ナトリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄色を呈する。
- (2) ナトリウム塩の溶液 (1 → 20) を中和し、ピロアンチモン酸水素カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。(ガラス棒で試験管の内壁をこすると沈殿の生成が早くなる。)

#### 乳酸塩

乳酸塩の溶液 (1 → 20) を硫酸で酸性とし、過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 50) を加えて加熱するとき、アセトアルデヒドのにおいを発する。

#### マグネシウム塩

マグネシウム塩の溶液に塩化アンモニウム溶液 (1 → 10) 及び炭酸アンモニウム試液を加えるとき、沈殿を生じないが、リン酸二ナトリウム溶液 (1 → 10) を追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これにアンモニア試液を加えても溶けない。

#### 硫酸塩

- (1) 硫酸塩の溶液に塩化バリウム溶液 (3 → 25) を加えるとき、白色の沈殿を生じ、塩酸又は硝酸 (1 → 10) を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) 硫酸塩の中性溶液に酢酸鉛試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸アンモニウム溶液 (1 → 10) を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 硫酸塩の溶液に等容量の塩酸 (1 → 4) を加えるとき、白濁を生じない。また二酸化硫黄のにおい

を発しない（亜硫酸塩との区別）。

リン酸塩（正リン酸塩）

- (1) リン酸塩の中性溶液に硝酸銀溶液（1→50）を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、硝酸（1→10）又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (2) リン酸塩の中性～硝酸酸性溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、水酸化ナトリウム溶液（1→25）又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

## 26. 鉄試験法

鉄試験法は、試料中に混在する鉄化合物の許容される限量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Feとして10 $\mu$ g/g以下（1.0g, 第1法, 比較液 鉄標準液1.0ml）」とあるのは、本品1.0gを量り、試料とし、第1法により操作し、比較液には、鉄標準液1.0mlを用いて試験を行うとき、Feとして10 $\mu$ 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、鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mlを加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。比較液は別に規定する量の鉄標準液をとり、鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30mlを加えて比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、塩酸（1→4）10mlを加え、必要があれば加温して溶かす。次に酒石酸0.5gを加えて溶かした後、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微赤色となるまで滴加し、更に鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液20mlを加えて検液とする。比較液は別に規定する量の鉄標準液をとり、塩酸（1→4）10mlを加えた後、検液の場合と同様に操作して調製する。

### (2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液をそれぞれネスラー管にとり、鉄試験用アスコルビン酸溶液（1→100）2mlを加えて混和し、30分間放置した後、 $\alpha$ 、 $\alpha'$ -ジピリジルのエタノール溶液（1→200）1ml及び水を加えて50mlとし、30分間放置後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

## 27. 鉛試験法（原子吸光光度測定法）

鉛試験法は、試料中に混在する鉛の許容される限量を原子吸光光度測定法により試験する方法である。

操作法

### 第1法

#### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。

別に規定する量の試料を量り、白金製又は石英製のるつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々

に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸 1 ml を加え、徐々に加熱して 450～550℃で灰化するまで強熱する。残留物に少量の硝酸（1→150）を加えて溶かし、更に硝酸（1→150）を加えて 10 ml とし、検液とする。

また、別に規定するもののほか、鉛標準液 1.0 ml を量り、硝酸（1→150）を加えて 10 ml とし、比較液とする。

## (2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液につき、次の操作条件に基づいて原子吸光度法（フレイム方式）により次の条件で原子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。

### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ  
分析線波長 283.3 nm  
支燃性ガス 空気  
可燃性ガス アセチレン

## 第 2 法

### (1) 検液の調製

別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。

別に規定する量の試料を量り、ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ、硝酸 0.5 ml を加えて溶かした後、密封し、150℃で 5 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に 5 ml とし、検液とする。

### (2) 試験

別に規定するもののほか、次の方法により試験を行う。

検液 3 個以上をとり、原子吸光度測定法（電気加熱方式）の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準液は鉛標準液適量を正確に量り、水を加えて調製する。また、測定用溶液には同容積の硝酸パラジウム試液を加え、よく混ぜ合わせる。硝酸 10 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とした溶液を用いて空試験を行い、補正する。

### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ  
分析線波長 283.3 nm  
乾燥温度 110℃  
灰化温度 600℃  
原子化温度 2,100℃

## 28. 粘度測定法

粘度測定法は、粘度計により試料の動粘度及び（絶対）粘度を測定する方法である。その単位は、通例、それぞれ平方ミリメートル毎秒 ( $\text{mm}^2\text{s}^{-1}$ ) 及びミリパスカル秒 ( $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ) を用いる。

### 第 1 法 毛細管粘度計法

#### 装置

この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、次の図に示すウベローデ型粘度計を用いる。

—図 略—

- A, B及びC : 管部  
 D, E及びF : 球部  
 G, H, J及びK : 標線  
 L : 毛細管部

毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲との大体の関係を表に示す。毛細管の内径は、表に示したものでなくてもよいが、流下時間が200~1,000秒になるような粘度計を選ぶ。

| 毛細管の内径 (mm) | 動粘度の範囲 ( $\text{mm}^2\text{s}^{-1}$ ) |
|-------------|---------------------------------------|
| 0.56~0.60   | 2~ 10                                 |
| 0.75~0.79   | 6~ 30                                 |
| 0.85~0.89   | 10~ 50                                |
| 1.07~1.13   | 20~ 100                               |
| 1.40~1.46   | 60~ 300                               |
| 1.61~1.67   | 100~ 500                              |
| 1.92~1.98   | 200~ 1,000                            |
| 2.63~2.71   | 600~ 3,000                            |
| 3.01~3.11   | 1,000~ 5,000                          |
| 3.58~3.66   | 2,000~ 10,000                         |
| 4.68~4.88   | 6,000~ 30,000                         |
| 5.33~5.55   | 10,000~ 50,000                        |
| 6.41~6.67   | 20,000~100,000                        |

#### 操 作 法

試料を泡が入らないように注意しながらA管に入れ、粘度計を垂直にしたとき料の液面が球部Dの標線中GとHの間にくるようにする。この粘度計を別に規定する温度 ( $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ) の恒温水槽中にB管の球部Fが水中に没するまで入れ、垂直に固定し、試料が規定温度になるまで約20分間放置する。C管を指で閉じ、B管から静かに試料を吸い上げ、液面が球部Fのほぼ中心に達したとき、C管の管口を開き、直ちにB管の管口を閉じる。毛細管の最下端の試料が流下したとき、B管の管口を開き、液面が標線Jから標線Kまで流下するに要する時間  $t$  (秒) を測定し、次式により動粘度 ( $\nu$ ) を求める。

$$\nu = kt$$

ただし、 $k$ は、粘度計の定数であり、あらかじめ蒸留水又は粘度のわかっている標準液を用いて同様に操作して定めておく。このときの温度は、試料の測定時の温度と異なっても差し支えない。

#### 第2法 回転粘度計法

##### 装 置

この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに働く液体の粘性抵抗により生ずるトルクをバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する。次の図に示すブルックフィールド型粘度計を用いる。ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料に適したものを選ぶ。

- A : 回転数切り換えつまみ
- B : 指針
- C : 目盛り
- D : 液浸マーク
- E : ローター
- F : ガード

操 作 法

各条で規定するローターEとガードF（低粘度用アダプター使用時を除く）をとり付ける。回転数切り換えつまみAを各条で規定する回転数に設定する。試料を入れた容器中にEを静かに入れ、試料の液面を液浸マークDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させると指針Bは0より動き始める。各条に規定するように、Bが安定するか、一定時間経過後、回転をやめ、Bの示す目盛りCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる表の換算定数を乗じて、試料の粘度を算出する。

例えば、各条で、1,500～2,500（2号、12回転、30秒間）ミリパスカル秒と規定したものは、2号ローターを用い、1分間12回転で回転した時、30秒後の粘度が1,500～2,500ミリパスカル秒であることを示す。また各条で30,000～40,000（4号、12回転、安定）ミリパスカル秒と規定したものは、4号ローターを用い、1分間12回転で回転し、指針の目盛り示度が安定した時の粘度が30,000～40,000ミリパスカル秒であることを示す。

| 回 転 数   | 60  | 30  | 12  | 6     |
|---------|-----|-----|-----|-------|
| ローターの種類 |     |     |     |       |
| アダプター   | 0.1 | 0.2 | 0.5 | 1.0   |
| 1号      | 1   | 2   | 5   | 10    |
| 2号      | 5   | 10  | 25  | 50    |
| 3号      | 20  | 40  | 100 | 200   |
| 4号      | 100 | 200 | 500 | 1,000 |

29. 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験等に用いる。

薄層板の調製

別に規定するもののほか、次の方法により調製し、湿気を避けて保存する。

適当な器具を用い、別に規定する担体に水適当量を加えて懸濁液を作り、これを50mm×200mm又は200mm×200mmの平滑で均一な厚さのガラス板に0.2～0.3mmの厚さで均一に塗布し、風乾後、更に別に規定する条件で乾燥する。ガラス板の代わりに適当なプラスチック板も使うことができる。

さらに、別に規定された担体をガラス板、プラスチック板又はアルミニウムシートにあらかじめ塗布あるいは溶着させた薄層板を使うこともできる。

操 作 法

別に規定するもののほか、次の方法で行う。

薄層板の一端から約20mmの位置を原線とし、両側から少なくとも10mm離し、原線上に別に規定する量の検液及び対照液をマイクロピペットを用いて10mm以上の間隔で、スポットの直径が約3mmになるように付け、風乾する。次に原線のある部分を下にして、この薄層板を展開用容器に入れ、密閉して展開を行う。展開用容器にはあらかじめ別に規定する展開溶媒を10mmの深さに入れ、展開溶媒の蒸気で飽和しておく。展開溶媒が原線から別に規定する距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、風乾した後、別に規定する方法により、検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。

### 30. 発生ガス測定法

発生ガス測定法は、合成膨脹剤から発生するガス量を測定する方法である。

#### 装 置

概略は、次の図による。

— 図 略 —

- A : ガス発生用丸底フラスコ (容量約300ml)
- B : 水浴
- C : 酸滴加漏斗
- D : 冷却器
- E : 三方コック
- F : 外とう管付ガスビュレット (容量約300mlで1mlごとに目盛を付けたもの)
- G : 水準瓶 (容量約400ml)
- H : 温度計
- J, K及びL : ゴム栓
- M及びN : ゴム管

#### 置換溶液の調製

塩化ナトリウム100g量り、水350mlを加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム1gを加え、メチルオレンジ試液に対してわずかに酸性を呈するまで塩酸(1→3)を加える。

#### 操 作 法

あらかじめ水100mlを入れたガス発生用フラスコAに試料(二剤式合成膨脹剤の場合は、使用時の混合割合に混合したものを試料とする。)2.0gを和紙に包んで投入し、装置を連結し、三方コックEを開放にして、水準瓶Gを上下して内部の置換溶液を移動させ、ガスビュレットFの目盛の0に合わせる。冷却器Dに水を流し、三方コックEを回して冷却器DとガスビュレットFを貫通させた後、滴加漏斗Cから塩酸(1→3)20mlを滴加し、直ちに滴加漏斗のコックを閉じ、時々フラスコを緩やかに振り動かしながら、75℃の水浴中で加熱し、ガスビュレットF中の液面の低下に応じて水準瓶Gを下げる。3分後にガスビュレットFと水準瓶Gの液面を平衡にしたときの液面の目盛V(ml)を読み、同時に温度計Hで発生ガスの温度t℃を読み取る。次式により標準状態における発生ガス量V<sub>0</sub>(ml)を求める。別に空試験値v(ml)を求め補正する。