

1 エデト酸カルシウムナトリウム水和物

2 確認試験, pH 及び純度試験(4)の項を次のように改める.

3 確認試験

(1) 本品1.00 gをろつぽに入れ, 表面が平らになるように広げた後, 105℃で1時間乾燥し, 初めは弱く加熱し, 徐々に600±25℃まで温度を上げ, 強熱した後, デシケーター中で放冷する. 強熱中は, 炎をあげて燃焼しないように注意する. 強熱時にろつぽの壁に飛散した残留物はガラス棒でまとめ, 残留物が完全に白色になるまで強熱を繰り返す. 強熱時間を長くしても残留物中に黒色粒子が認められる場合には, 残留物に熱湯を加え, 定量分析用ろ紙を用いてろ過し, 残留物をろ紙と共に強熱する. これにろ液を加えた後, 注意深く蒸発乾固し, 残留物が完全に白色になるまで強熱を繰り返す. 残留物100 mgを水20 mLに入れ, 3 mol/L塩酸試液1.0 mLを加えるとき, 溶ける. この液にメチルレッド試液2滴を加え, 6 mol/Lアンモニア水を用いて中和した後, 3 mol/L塩酸試液を加えて酸性とし, シュウ酸アンモニウム試液0.6 mLを加えるとき, 白濁する. この懸濁液を等量に分け, 一方に6 mol/L酢酸試液0.5 mLを加えるとき, 濁りに変化はなく, 他方に3 mol/L塩酸試液1 mLを加えるとき, 澄明となる.

(2) 本品0.5 gを水10 mLに溶かし, ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム溶液10 mLを加えるとき, 白色の結晶性の沈殿を生じる. 沈殿の生成を速くするには, ガラス棒で試験管の内壁をこする.

ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム溶液: ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム2 gに熱湯95 mLを加え, 速やかに冷却する. この液に水酸化カリウム溶液(1→20) 50 mL及び水酸化ナトリウム溶液(17→200) 1 mLを加え, 1日放置した後, ろ過する. ろ液に水を加え, 150 mLとする.

(3) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) により試験を行い, 本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は標準品のスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

pH (2.54) 本品2.0 gに水を加えて10 mLとした液のpHは6.5～8.0である.

3 純度試験

(4) ニトリロ三酢酸 本操作は遮光した容器を用いて行う. 本品0.100 gをとり, 溶解液に溶かし, 正確に25 mLとし, 試料溶液とする. 別にニトリロ三酢酸40.0 mgをとり, 溶解液に溶かし, 正確に100 mLとする. この液1 mLを正確にとり, 試料溶液0.1 mLを加え, 更に溶解液を加えて正確に100 mLとし, 標準溶液とする. ろ過した試料溶液及び標準溶液20 µLずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う. それぞれの液のニトリロ三酢酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき, A_T は A_S より大きくない(0.1%以下).

溶解液: 硫酸鉄(III)五水和物10.0 gを0.5 mol/L硫酸試液20 mL及び水780 mLに溶かし, 水酸化ナトリウム試液を加えてpH 2.0に調整し, 水を加えて1000 mLとする.

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(波長273 nm)

53 カラム: 内径4.6 mm, 長さ10 cmのステンレス管に5
54 µmの液体クロマトグラフィー用グラファイトカーボ
55 ン(平均孔径25 nm, 比表面積120 m²/g)を充填する.

56 カラム温度: 40℃付近の一定温度

57 移動相: 硫酸鉄(III)五水和物50.0 mgを0.5 mol/L硫酸試
58 液50 mLに溶かし, 水750 mLを加えた後, 0.5 mol/L
59 硫酸試液又は水酸化ナトリウム試液を加えてpH 1.5
60 に調整し, エチレンジグリコール20 mL及び水を加えて
61 1000 mLとする.

62 流量: 毎分1.0 mL(ニトリロ三酢酸の保持時間約5分)

63 システム適合性

64 検出の確認: 標準溶液20 µLにつき, 上記の条件で操作
65 するとき, ニトリロ三酢酸のピークのSN比は50以上
66 である.

67 システムの性能: 標準溶液20 µLにつき, 上記の条件で
68 操作するとき, ニトリロ三酢酸及びエデト酸の順に溶
69 出し, その分離度は7以上である.

70 システムの再現性: 標準溶液20 µLにつき, 上記の条件
71 で試験を6回繰り返すとき, ニトリロ三酢酸のピーク
72 面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

73 -----

74 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

75 硫酸鉄(III)五水和物 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 白色又は微黄色の粉
76 末である.

77