A：内容量500mlの無色，肉厚（約２㎜）の硬質ガラス製のフラスコで，口の上部を受け皿状にしたもの
B：白金製のかご又は白金網筒（白金線を用いて栓Cの下端につるす）
C：硬質ガラス製の共栓
D：ろ紙

(ii)　操作法

乾燥した本品0.050ｇを折れ線に沿って折り目を付けたろ紙Dの中央部に正確に量り，こぼれないように折れ線に沿って包み，白金製のかご又は白金網筒Bの中に，点火部を外に出して入れる。吸収液として硝酸（１→30）25mlをフラスコAに入れ，A内にあらかじめ酸素を充満させ，共栓Cのすり合わせ部分を水で潤した後，点火部に点火し，直ちにAに入れ，完全に燃焼が終わるまで気密に保持する。次に，A内の白煙が完全に消えるまで時々振り混ぜた後，15～30分間放置する。Aの上部に水10mlを入れ，注意してCをとり，A内の液をビーカーに移す。水20mlで，C，B及びAの内壁を洗い込み，洗液をビーカーに合わせる。この液を10分間穏やかに煮沸した後，室温まで冷却し，試料液とする。別にセレン0.060ｇを量り，硝酸（１→２）100mlを加え，必要があれば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に1,000mlとする。この液５mlを正確に量り，水を加えて正確に200mlとする。この液１mlを正確に量り，硝酸（１→60）50mlを加えて比較原液とする。試料液及び比較原液にアンモニア水を加えてpH1.8～2.2とした後，水を加えて約60mlとする。これらをそれぞれ分液漏斗に移し，水10mlを用いてビーカーを洗い，洗液を分液漏斗に合わせる。それぞれに塩酸ヒドロキシルアミン0.2ｇを加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に２，３－ジアミノナフタレン試液５mlを加え，振り混ぜた後，100分間放置する。それぞれにシクロヘキサン5.0mlを加えて２分間よく振り混ぜる。シクロヘキサン層をとり，毎分3,000回転で10分間遠心分離し，上澄液を検液及び比較液とする。これらの液につき，硝酸（１→60）50mlを用いて試料液と同様に操作して得た液を対照として波長378nm付近の極大吸収波長における吸光度を測定するとき，検液の吸光度は，比較液の吸光度より大きくない。

(3)　ヒ素　As_2O_3として4.0μg／ｇ以下（0.50ｇ，第１法，装置Ｂ）

(4)　安息香酸及びサリチル酸　本品0.5ｇを水10mlに溶かし，酢酸５滴及び塩化鉄（Ⅲ）溶液（１→10）３滴を加えるとき，沈殿を生じず，紫～赤紫色も呈さない。

(5)　トルエンスルホンアミド類　*o*－トルエンスルホンアミド及び*p*－トルエンスルホンアミドとして25μg／ｇ以下

本品10.0ｇを水50mlに溶かす。この液を，酢酸エチル30mlずつで３回抽出を行い，全酢酸エチル層を合わせ，塩化ナトリウム溶液（１→４）30mlで洗い，酢酸エチル層を乾燥したフラスコに移す。これに無水硫酸ナトリウム約10ｇを加え，振り混ぜた後，ろ過し，ろ液をナス型フラスコに移す。ろ紙上の残留物を酢酸エチル10mlずつで２回洗い，洗液をろ液に合わせ，減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去する。この残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液（１→4,000）1.0mlを正確に加えてかき混ぜた後，１分間放置し，上澄液を検液とする。必要があれば遠心分離する。別に*o*－トルエンスルホンアミド及び*p*－トルエンスルホンアミド約0.025ｇずつを精密に量り，酢酸エチルを加えて溶かして正確に100mlとする。この液１mlを正確に量り，減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去した後，残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液（１→4,000）1.0mlを加えて溶かし，標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ１μlずつ量り，次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。

操作条件
検出器　水素炎イオン化検出器
カラム　内径0.32㎜，長さ30mのケイ酸ガラス製の細管に，ガスクロマトグラフィー用５％ジフェニル95％ジメチルポリシロキサンを0.25μmの厚さで被覆したもの。
カラム温度　185℃
注入口温度　250℃
注入方式　スプリット（10：１）
キャリヤーガス　ヘリウム又は窒素
流量　カフェインのピークが約10分後に現れるように調整する。

検液及び標準液のカフェインのピーク面積に対する*o*－トルエンスルホンアミド及び*p*－トルエンスルホンアミドのピーク面積比Q_{T1}とQ_{T2}及びQ_{S1}とQ_{S2}を求め，次式により，トルエンスルホンアミド類の量を求める。

$$\text{トルエンスルホンアミド類の量}=\left(\frac{Q_{T1}}{Q_{S1}}\times W_{S1}+\frac{Q_{T2}}{Q_{S2}}\times W_{S2}\right)\times\frac{1}{\text{試料の採取量（ｇ）}}\times 100(\%)$$

ただし，W_{S1}：標準液１ml当たりの*o*－トルエンスルホンアミドの採取量（ｇ）
W_{S2}：標準液１ml当たりの*p*－トルエンスルホンアミドの採取量（ｇ）

(6)　硫酸呈色物　本品0.20ｇを硫酸呈色物用硫酸５mlに溶かし，48～50℃で10分間保つとき，液の色は，比色標準液Aより濃くない。

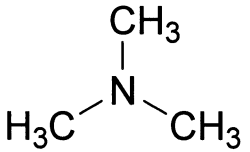
乾燥減量　15.0％以下（120℃，４時間）

定 量 法　本品を乾燥し，その約0.3ｇを精密に量り，非水滴定用酢酸40mlを加えて溶かし，0.1mol／Ｌ過塩素酸液で滴定する。終点の確認は，通例，電位差計を用いる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol／Ｌ過塩素酸液１ml＝20.22㎎　$C_{14}H_8CaN_2O_6S_2$

第２のＤのエーチコプトイトンのヨのふじふら｜ヨゆ屈やゆ°

トリメチルアミン
Trimethylamine



C_3H_9N　　分子量　59.11

Trimethylamine　［75－50－３］

含　　量　本品は，トリメチルアミン（C_3H_9N）98.0％以上を含む。

性　　状　本品は，無色の気体で，特有のにおいがある。

確認試験　定量法を準用して試験を行うとき，主ピークのマススペクトルに，分子イオンピーク（*m*／*z*59），基準ピーク（*m*／*z*58）及びフラグメントピーク（*m*／*z*15，*m*／*z*30及び*m*／*z*42）を認める。

定 量 法　０～４℃に冷却した水１mlに－20℃に冷却した本品0.1ｇを加えて溶かし，次の操作条件により定量する。ただし，検液注入後，０～40分の間に現れる水由来のピークを除いたピーク面積の総和を100とし，それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め，含量とする。

操作条件
検出器　質量分析計（電子衝撃イオン化法）
走査質量範囲　*m*／*z*10.00～300.00
カラム　内径0.25～0.53㎜，長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に，ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを0.25～１μmの厚さで被覆したもの。
カラム温度　50℃で５分間保持し，その後毎分５℃で，230℃まで昇温する。
注入口温度　125～175℃
注入方式　スプリット（30：１～250：１）。ただし，いずれの成分もカラムの許容量を超えないように設定する。
キャリヤーガス　ヘリウム
流量　被検成分のピークが３～20分の間に現れるように調整する。