純度試験

◆⑴　重金属〈*1.07*〉　本品0.5ｇをとり，第２法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液2.5mLを加える（50ppm以下）．◆

⑵　鉄　本品5.00ｇを共栓フラスコにとり，塩酸10mLを加え，密栓し，75～80℃の水浴中に浸し，２時間加熱する．必要ならば，溶解を適切に行うために，塩酸を加えた後，放置して本品を膨潤させる，加熱時間を長くする，又は加熱温度を高くすることができる．冷後，水を加えてフラスコの内容物を100.0ｇとし，試料溶液とする．別に本品5.00ｇずつを３個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用鉄標準液⑵10mL，20mL及び30mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0ｇとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行い鉄の含量を求めるとき，30 ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：鉄中空陰極ランプ
波長：248.3nm

⑶　クロム　⑵の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00ｇずつを３個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用クロム標準液0.25mL，0.50mL及び0.75mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0ｇとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行いクロムの含量を求めるとき，10ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：クロム中空陰極ランプ
波長：357.9nm

⑷　亜鉛　⑵の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00ｇずつを３個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用亜鉛標準液7.5mL，15mL及び22.5mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0ｇとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行い亜鉛の含量を求めるとき，30ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9nm

◆⑸　ヒ素〈*1.11*〉　本品15.0ｇをフラスコにとり，薄めた塩酸（１→５）60mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5ｇを加えて放冷し，マグネシア試液30mLを加えて１時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液（１→４）10mLずつで５回洗い，薄めた塩酸（１→４）に溶かし正確に50mLとする．この液５mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15mLを用い，同様に操作する（１ppm以下）．◆

⑹　過酸化物

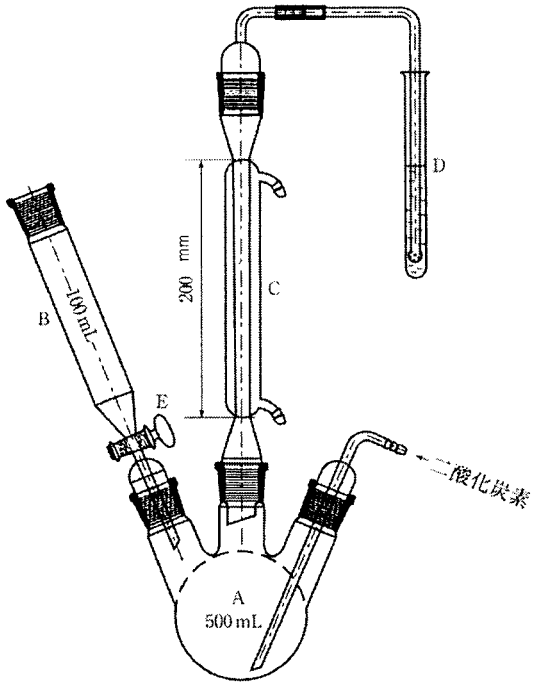
⑴　酵素反応　ペルオキシダーゼは過酸化物に作用し，その酸素原子を還元型の有機酸化還元指示薬へ移動させ，指示薬を青色の酸化型に変化させる．生成した色の濃さは過酸化物の量に比例する．この反応を利用した過酸化水素濃度試験紙では，得られる呈色を用意された標準比色表の色と比較することにより，試料溶液の過酸化物の濃度が求められる．

⑵　操作法　本品20.0±0.1ｇをビーカーにとり，水80.0±0.2mLを加え，かき混ぜて試料全体を湿らせた後，室温で１～３時間放置する．次にビーカーを時計皿で蓋をし，65±２℃の水浴中で20±５分間加温して試料を溶かした後，ガラス棒でかき混ぜ，均一な溶液とし，試料溶液とする．過酸化水素濃度試験紙を試料溶液に１秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色と比較する．色が最も一致する標準比色表の色に対応する過酸化物の濃度を読み取り，それを５倍する（10ppm以下）．

⑶　鋭敏度　過酸化水素標準液10mLを正確に量り，水を加えて正確に300mLとする．この液２mLを正確に量り，水を加えて正確に1000mLとする（２ppm）．この液に過酸化水素濃度試験紙を１秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色と比較するとき，過酸化物の濃度が２ppmの標準比色表の色と等しい．

⑺　二酸化イオウ

⑴　装置　図に示すものを用いる．



Ａ：三口丸底フラスコ（500mL）
Ｂ：円筒形滴下漏斗（100mL）
Ｃ：冷却器
Ｄ：試験管
Ｅ：コック