純度試験

① 溶状　本品1.0g（0.95～1.04g）に水10mLを加えて溶かすとき、その溶液は、色の比較液Jより濃くなく、澄明でなければならない。

② 類縁物質　本品0.01g（0.005～0.014g）に水１mLを加えて溶かし、この溶液10μLをクロマトグラフ用３号ろ紙の下端から約５cmのところにスポットし、風乾する。次に、トリクロル酢酸５g（4.5～5.4g）にイソプロパノール・水混液（75：20）95mLを加えて溶かした溶液を展開溶媒として約30cm展開した後、ろ紙を風乾する。これに塩化第二鉄0.5g（0.45～0.54g）をエタノールに溶かし、100mLとした溶液を均等に噴霧するとき、Rf値約0.5の位置に赤褐色の単一のスポットを認め、その他のスポットを認めてはならない。

水分　本品約1.6gを0.01gの桁まで量り、その数値を記録し、メタノール・硫酸混液（70：１）を加えて溶かした後、50mLの全量フラスコに入れ、標線まで加えて50mLとして試料溶液とし、質量を0.01gの桁まで量り、その数値を記録する。試料溶液１mLを全量ピペットを用いて量り、カールフィッシャー法の直接滴定法により水分を測定する。別に、0.01gの桁まで質量を量り、その数値を記録した約１mLのメタノール・硫酸混液（70：１）について同様に水分を測定する。次式により本品の水分を求めるとき、その量は、23.0～24.5%でなければならない。

$$\text{本品の水分（\%）}=\frac{50\times S-B\times(W_2-W_1)/W_3}{W_1\times 10}$$

S：１mLの試料溶液中の水分（mg）

B：0.01gの桁まで質量を量り、その数値を記録した約１mLのメタノール・硫酸混液（70：１）中の水分（mg）

W_1：本品の採取量（g）

W_2：試料溶液50mLの質量（g）

W_3：Bの測定に用いた約１mLのメタノール・硫酸混液（70：１）の質量（g）

定量法　本品0.2gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、水を加えて溶かし、100mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100mLとし、試料原液とする。この溶液25mLを全量ピペットを用いて量り、分解瓶に入れ、硫酸（１→３）１mL及びペルオキソ二硫酸カリウム（２→25）５mLを加え、密栓し、高圧蒸気滅菌器に入れ、121℃で30分間加熱する。放冷した後、100mLの全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて100mLとする。この溶液2.5mLを全量ピペットを用いて量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液（１→20）１mLを加え、振り混ぜ、さらに、モリブデン酸アンモニウム・タルトラトアンチモン(Ⅲ)酸カリウム・アスコルビン酸試液15mLを加え、振り混ぜた後、200mLの全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて200mLとし、試料溶液とする。モリブデン酸アンモニウム・タルトラトアンチモン(Ⅲ)酸カリウム・アスコルビン酸試液を加えてから正確に30分後に、試料溶液につき、波長710nmにおける吸光度A_{T1}を測定する。また、試料原液25mLを全量ピペットを用いて量り、100mLの全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて100mLとし、この溶液2.5mLを全量ピペットを用いて量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液（１→20）１mLを加え、振り混ぜ、以下試料溶液と同様に操作し、波長710nmにおける吸光度A_{T2}を測定する。別に、リン酸二水素カリウム約0.1gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、水を加えて溶かし、500mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて500mLとし、この溶液2.5mLを全量ピペットを用いて量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液（１→20）１mLを加え、振り混ぜ、以下試料溶液と同様に操作し、波長710nmにおける吸光度A_Sを測定する。

L-アスコルビン酸-２-リン酸エステルマグネシウムの量（mg）

$$=W\times\frac{4}{5}\times\frac{A_{T1}-A_{T2}}{A_S}\times\frac{379.61}{136.09}\times 1{,}000$$

W：リン酸二水素カリウムの量（g）

4-アセタミド-２-ヒドロキシ安息香酸メチル　$C_{10}H_{11}NO_4$

含量　本品は、105℃で２時間乾燥した後、定量するとき、4-アセタミド-２-ヒドロキシ安息香酸メチル（$C_{10}H_{11}NO_4$）98.0%以上を含む。

物理的・化学的性質　本品は、白色の結晶性の粉末で、臭いはない。

確認試験

① 本品のメタノール溶液（１→125,000）につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長211～215nm、272～276nm及び305～309nmに吸収の極大を示し、波長237～241nm及び291～295nmに吸収の極小を示す。

② 本品を105℃で２時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により赤外吸収スペクトルを測定するとき、3,300cm^{-1}、1,680cm^{-1}、1,615cm^{-1}、1,320cm^{-1}及び1,275cm^{-1}に吸収を認める。

純度試験

① 融点　本品の融点は、151～153℃でなければならない。

② 類縁物質　本品0.01g（0.005～0.014g）を量り、メタノール1.0mLを加えて溶かし、この溶液10μLを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、エーテル・ベンゼン・クロロホルム混液（50：35：15）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、その後、硫酸（１→２）を均等に噴霧するとき、Rf値約0.3の位置に橙色の単一のスポットを認め、その他のスポットを認めてはならない。

乾燥減量　1.0%以下（１g，105℃，２時間）

強熱残分　0.10%以下（１g）

定量法　本品を105℃で２時間乾燥し、その約0.045gを0.0001gの桁まで量り、その数値を記録し、窒素定量法により試験を行う。

0.01mol/L硫酸１mL＝4.184mg$C_{10}H_{11}NO_4$

注意：遮光した気密容器に保存する。

4-アミノ-２-エトキシ安息香酸メチル　$C_{10}H_{13}NO_3$

含量　本品は、デシケーター（シリカゲル）で３時間乾燥した後、定量するとき、4-アミノ-２-エトキシ安息香酸メチル（$C_{10}H_{13}NO_3$）98.0%以上を含む。

物理的・化学的性質

① 本品は、灰褐色の結晶性の粉末で、臭いはない。

② 融点　99～101℃（分解）

確認試験

① 本品のメタノール溶液（１→125,000）につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長208～212nm、232～236nm、277～281nm及び300～304nmに吸収の極大を示し、波長222～226nm、250～254nm及び287～291nmに吸収の極小を示す。

② 本品をデシケーター（シリカゲル）で３時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により赤外吸収スペクトルを測定するとき、3,400cm^{-1}、1,695cm^{-1}、1,610cm^{-1}及び1,255cm^{-1}に吸収を認める。

純度試験　類縁物質　本品0.010g（0.0095～0.0104g）を量り、メタノール1.0mLを加えて溶かし、この溶液10μLを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、エーテル・ベンゼン・クロロホルム混液（50：35：15）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これにドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、その後、硫酸（１→２）を均等に噴霧するとき、Rf値約0.5の位置に橙色の単一のスポットを認め、その他のスポットを認めてはならない。

乾燥減量　3.0%以下（１g，シリカゲル，３時間）

強熱残分　0.10%以下（１g）

定量法　本品をデシケーター（シリカゲル）で３時間乾燥し、その約0.04gを0.0001gの桁まで量り、その数値を記録し、窒素定量法により試験を行う。

0.01mol/L硫酸１mL＝3.904mg$C_{10}H_{13}NO_3$

注意：遮光した気密容器に保存する。