⑤　遊離２―ヒドロキシ―４，６―ジメチルピリミジン　本品約0.5ｇを0.001ｇの桁まで量り、その数値を記録し、pH7.0のリン酸塩緩衝液25mLを加え、10分間振り混ぜ、30秒以内にろ過する。初めのろ液数mLを除き、澄明なろ液５mLを量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液を加えて100mLとする。この溶液につき、30秒以内に水を対照液として、波長295nm付近の極大波長における吸光度A_Tを測定するとき、遊離の２―ヒドロキシ―４，６―ジメチルピリミジン（$C_6H_8N_2O$）の量は、3.0％以下でなければならない。

２―ヒドロキシ―４，６―ジメチルピリミジン（$C_6H_8N_2O$）の量（mg）

$$=\frac{A_T}{118}\times 1{,}000$$

乾燥減量　1.0％以下（１ｇ，減圧，110℃，１時間）

強熱残分　0.3％以下（１ｇ）

定量法　本品を乾燥し、その約0.05ｇを0.0001ｇの桁まで量り、その数値を記録し、ジメチルホルムアミドを加え、加温溶解し、放冷した後、100mLの全量フラスコに入れ、更にジメチルホルムアミドを標線まで加えて100mLとし、よく混和した後、試料原液とする。別に、ナイカルバジン標準品を試料と同様に乾燥し、約0.05ｇを0.0001ｇの桁まで量り、その数値を記録し、ジメチルホルムアミドを加え、加温溶解し、放冷した後、100mLの全量フラスコに入れ、更にジメチルホルムアミドを標線まで加えて100mLとし、標準原液とする。

４，４′―ジニトロカルバニリド　試料原液４mLを全量ピペットを用いて量り、200mLの全量フラスコに入れ、エタノールを標線まで加えて200mLとし、よく混和する。この溶液15mLを全量ピペットを用いて量り、25mLの全量フラスコに入れ、水酸化カリウムのエタノール溶液（１→100）５mLを加え、更にエタノールを標線まで加えて25mLとし、試料溶液とする。標準原液４mLを全量ピペットを用いて量り、200mLの全量フラスコに入れ、エタノールを標線まで加えて200mLとし、以下試料溶液の場合と同様に操作して標準液とする。標準液、試料溶液につき、水酸化カリウムのエタノール溶液（１→500）を対照液として波長430nm付近の極大波長における吸光度A_S及びA_Tを測定する。

４，４′―ジニトロカルバニリド（$C_{13}H_{10}N_4O_5$）の量（mg）

$$=\text{ナイカルバジン標準品の量（mg）}\times\frac{A_T}{A_S}\times 0.7089$$

２―ヒドロキシ―４，６―ジメチルピリミジン　試料原液４mLを全量ピペットを用いて量り、200mLの全量フラスコに入れ、ジメチルホルムアミド・エタノール混液（１：１）を標線まで加えて200mLとし、よく混和する。この溶液10mLを全量ピペットを用いて量り、50mLの共栓付試験管に入れ、新たに調製したスルファニルアミド試液10mLを加え、混和する。これに新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（１→50）２mLを加え、密栓し、混和し、65℃の水浴中で15分間加温した後、流水で冷却し、20分室温で放置し、試料溶液とする。別に、標準原液４mLを全量ピペットを用いて量り、200mLの全量フラスコに入れ、エタノールを標線まで加えて200mLとし、以下試料溶液の場合と同様に操作し、標準液