

A 通 則

1. 添加物の適否は、別に規定するもののほか、通則、一般試験法、成分規格・保存基準各条等の規定によって判定する。ただし、性状の項目の固体の形状は、参考に供したするもので、適否の判定基準を示すものではない。
2. 物質名の前後に「 」を付けたものは、成分規格・保存基準各条に規定する添加物を示す。ただし、成分規格・保存基準各条の表題、製造基準及び使用基準ではこれを付けない。
3. 物質名の次に()で分子式又は組成式を付けたものは、化学的純物質を意味する。原子量は、200510年国際原子量表 (日本化学会) による。分子量は、小数点以下2けた小数第2位までとし、3けた目第3位を四捨五入する。

単位及び記号

4. 主な計量の単位は、次の記号を用いる。

メートル	m	センチメートル	cm
ミリメートル	mm	マイクロメートル	µm
ナノメートル	nm	<u>キログラム</u>	<u>kg</u>
<u>グラム</u>	<u>g</u>	<u>ミリグラム</u>	<u>mg</u>
<u>マイクログラム</u>	<u>µg</u>	<u>ナノグラム</u>	<u>ng</u>
<u>セルシウス度</u>	<u>°C</u>	<u>モル</u>	<u>mol</u>
<u>ミリモル</u>	<u>mmol</u>	平方センチメートル	cm ²
リットル	L	ミリリットル	ml <u>mL</u>
マイクロリットル	µl <u>µL</u>	<u>キログラム</u>	<u>kg</u>
グラム	g	<u>ミリグラム</u>	<u>mg</u>
マイクログラム	µg	<u>メガヘルツ</u>	<u>MHz</u>
<u>毎センチメートル</u>	<u>cm⁻¹</u>	ニュートン	N
キロパスカル	kPa	パスカル	Pa
<u>パスカル秒</u>	<u>Pa · s</u>	<u>ミリパスカル秒</u>	<u>mPa · s</u>
<u>平方ミリメートル毎秒</u>	<u>mm²/s</u>	モル毎リットル	mol/L
ミリモル毎リットル	mmol/L	<u>マイクロジーメンズ毎センチメートル</u>	<u>µS/cm</u>
<u>度 (角度)</u>	<u>°</u>	毎センチメートル	cm⁻¹

5. 質量百分率を示すには、%の記号を用いる。液体又は気体 100~~ml~~mL 中の物質含量 (g) を示すには w/v %の記号を用いる。物質 100 g 中の液体含量物質質量 (~~ml~~mL) を示すには v/w %の記号を用いる。液体又は気体 100~~ml~~mL 中の物質含量 (~~ml~~mL) 又はガス 100~~ml~~mL 中の物質含量 (~~ml~~) を示すには vol%の記号を用いる。ただし、百分率における固体の物質質量 (g) は別に規定するもののほか、物質含量 (g) は、無水物として算定した量を表す。
6. 添加物の力価を示す場合は、成分規格・保存基準各条に規定する単位を用いる。
7. 温度の表示は、セルシウス法を用い、アラビア数字の右に°Cを付けて示す。また、融点、凝固点な

~~どの基準値を除き、操作法において一点で温度を示す場合、その許容誤差は、通例、 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ とする。~~
試験操作において温度を整数で示す場合の許容範囲は、通例、指定した温度の $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 又は $\pm 5\%$ のいずれか大きい方とする。ただし、温度の保持に装置を用いる場合は装置の設定温度とし、その装置の温度調節精度を許容するものとする。

- ~~8. 標準温度は 20°C 、常温は $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 、室温は $1\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、微温は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ とする。冷所は、別に規定するもののほか、 $1\sim 15^{\circ}\text{C}$ の場所とする。冷水は 10°C 以下、微温湯は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 、温湯は $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、熱湯は約 100°C の水とする。加温するとは、別に通例、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱することである。~~
- ~~9. 加熱した溶媒又は熱溶媒とは、その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい、加温した溶媒又は温溶媒とは、通例、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱したものをいう。~~

試 験

- ~~108.~~ 規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。
9. 成分規格・保存基準各条等における試験は、別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条等の規定に基づき、一般試験法中のそれぞれ対応する試験法により行う。
10. 試験において、規定された値（以下「規格値」という。）と試験によって得られた値（以下「実測値」という。）との比較によって適否の判定を行う場合には、実測値は規格値より1けた下まで求め、その多く求めた1けたについて四捨五入し、規格値と比較することにより判定を行う。規格値をa～bと記載したものは、a以上、b以下であることを示す。
- ~~11. 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、精製水とする。~~
11. 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、食品製造用水を超ろ過（逆浸透、限外ろ過）、イオン交換、蒸留又はそれらの組み合わせにより精製した水であり、精製した後、速やかに用いる。ただし、適当な容器に入れ、微生物や化学物質による汚染の抑制が図られる場合、一定期間保存したものをを用いてもよい。
12. 標準温度は 20°C 、常温は $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 、室温は $1\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、微温は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ とする。冷所は、別に規定するもののほか、 $1\sim 15^{\circ}\text{C}$ の場所とする。冷水は 10°C 以下、微温湯は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 、温湯は $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、熱湯は約 100°C の水とする。加温するとは、別に温度を規定するもののほか $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱することである。
13. 試験室の温度は、別に規定するもののほか、 $15\sim 30^{\circ}\text{C}$ とする。試験操作において「直ちに」とあるのは、通例、前の操作の終了から30秒以内に次の操作を開始することを意味する。
14. 加熱した溶媒又は熱溶媒とは、その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい、加温した溶媒又は温溶媒とは、別に温度を規定するもののほか、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱したものをいう。
15. 水浴上で加熱するとは、沸騰している水浴上で加熱することを意味し、水浴の代わりに約 100°C の蒸気浴を用いることができる。また、水浴中で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴中の中に容器を入れて加熱することを意味する。還流冷却器を付けて加熱するとは、別に規定するもののほか、その溶媒を沸騰させて、溶媒を還流させることである。また、冷後とは、加熱又は加温されたものが試験室の温度まで下がった後を意味する。
- ~~1216.~~ 滴数を量る液量が滴数で示される場合には、 20°C において水20滴を滴加するとき、その質量が0.90～1.10gとなるような器具を用いる。

17. 減圧は、別に規定するもののほか、2.0kPa以下とする。

~~13~~18. デシケーターの乾燥剤は、別に規定するもののほか、シリカゲルとする。

~~14. 冷後とは、加熱又は加温されたものが室温まで下がることを意味する。水浴上で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴上で加熱することであり、水浴中で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴中で加熱することを意味し、水浴の代わりに約100℃の蒸気浴を用いることができる。還流冷却器を付けて加熱するとは、別に規定するもののほか、その溶媒を沸騰させて、溶媒を還流させることである。~~

~~15. 減圧は、別に規定するもののほか、2.0kPa以下とする。~~

1619. 液性を酸性、アルカリ性又は中性として示した場合は、別に規定するもののほか、pH試験紙リトマス紙を用いて試験する。液性を詳しく示すにはpH値を用いる。また、微酸性、弱酸性、強酸性、微アルカリ性、弱アルカリ性、強アルカリ性等と記載したものは、pH試験紙等を用いて試験した場合の酸性又はアルカリ性の程度の概略を示すものである、そのpHの範囲は次による。また、液性をpHで示す場合には一般試験法のpH測定法を用いる。

	pHの範囲
微酸性	約5～約6.5
強酸性	3未満
弱酸性	約3以上～約5未満
微酸性	5以上約6.5未満
強酸性	約3以下
微アルカリ性	約7.5以上～約9未満
弱アルカリ性	約9以上～約11未満
強アルカリ性	約11以上

1720. 溶質名の次に溶液と記載し、特にその溶媒名を示さないものは水溶液を示す。

1821. 1mol/L塩酸、硫酸(1→10)、50vol%エタノールなど液状の試薬名に単に濃度を表示したものは、別に規定するもののほか、水を用いて希釈したものを示す。

1922. 溶液の濃度を(1→5)、(1→100)等と記載したものは、固形の物質1g又は液状の物質1mlを溶媒に溶かして全量をそれぞれ5ml、100ml等とする割合を示す。また、混液を(10:1)、(5:3:1)等と記載したものは、液状の物質の10容量と1容量の混液、5容量と3容量と1容量の混液等を示す。

~~20. 試験において、規定された値(以下「規格値」という。)と試験によって得た値(以下「実験値」という。)との比較によって適否の判定を行う場合には、実験値は規格値より1けた多く求め、その多く求めた1けたについて四捨五入し、規格値と比較することにより判定を行う。規格値をa～bと記載したものは、a以上、b以下であることを示す。~~

~~21. 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の±10%の範囲をいう。~~

23. また、質量を単に「量る」と記載した場合の採取量は、記載された数値の次のけたで四捨五入した値が、その数値になる量をいう。

例えば、1gとは0.5～1.4g、1.0gとは0.95～1.04g、1.00gとは0.995～1.004gを量ることを意味する。

2224. 質量を「精密に量る」とは、化学はかりを用い、0.1mgまで読みとるか、セミマイクロ化学はかりを用い、0.01mgまで読みとるか又はマイクロ化学はかりを用い、0.001mgまで読みとることを意味

~~する。規格値のけた数を考慮して、化学はかり、セミマイクロ化学はかり又はマイクロ化学はかりを用いる。規格値のけた数を考慮して必要なけた数まで読みとることを意味する。通例、0.1mg まで読みとる場合には化学はかり、10 μ g まで読みとる場合にはセミマイクロ化学はかり、1 μ g まで読みとる場合にはマイクロ化学はかりを用いる。~~

25. 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の $\pm 10\%$ の範囲をいう。

~~23. 質量を「正確に量る」とは、指示された数値の質量をそのけた数まで量ることを意味する。~~

~~例えば、0.050 g とは 0.0495 \sim 0.0504 g、2.000 g とは 1.9995 \sim 2.0004 g、0.10 g とは 0.095 \sim 0.104 g、5.0 g とは 4.95 \sim 5.04 g を量ることを意味する。~~

~~24~~26. 容量を「正確に量る」とは、別に規定するもののほか、ホールピペット、ビュレット又はこれらと同程度以上の精度のある容量体積計を用いて計量することを意味する。また、「正確に 100mL とする」等と記載した場合は、別に規定するもののほか、メスフラスコを用いる。

~~25. 試験は、別に規定するもののほか、常温で行い、通例、操作後 30 秒以内に観察する。ただし、特に温度の影響があるものについては、標準温度で行う。試験操作において「直ちに」とあるのは、通例、前の操作の終了から 30 秒以内に次の操作を開始することを意味する。~~

~~26. 成分規格・保存基準各条等における試験は、別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条等の規定に基づき、一般試験法中のそれぞれ対応する試験法により行う。~~

27. 白色と記載したものは、白色又はほとんど白色であることを示し、無色と記載したものは、無色又はほとんど無色であることを示す。色調を試験するには、別に規定するもののほか、試料が固体の場合は、その 1 \sim 3 g を時計皿にとり、白色を背景として観察する。~~粉末を除く固形物の場合は切断又は粉碎したものをとって行う。~~また、試料が液体の場合は、試料を内径約 15mm の無色の試験管に入れ、液層を約 30mm とし、白色を背景として上方及び側方から観察する。液体の試料の蛍光を観察するには、黒色の背景を用いる。

28. においが旨記載したものは、においがいいか又はほとんどにおいがいいことを示す。においの試験は、別に規定するもののほか、固体の試料の場合は、試料約 1 g を蒸発皿にとり、液体の試料の場合は、1 mL をビーカーにとり行う。

においの強いもの又は刺激性のあるものの試験は、必要に応じて、希釈したり、ろ紙片を用いてもよい。

29. 溶解性を示す用語は次による。溶解性は、別に規定するもののほか、固形物の場合は粉末とした後、溶媒中に入れ、20 \pm 5 $^{\circ}$ C で 5 分ごとに強く 30 秒間振り混ぜるとき、30 分以内に溶ける度合をいう。

用語	溶質 1 g 又は 1 <u>mL</u> を溶かすに要する溶媒量
極めて溶けやすい	1 <u>mL</u> 未満
溶けやすい	1 <u>mL</u> 以上 10 <u>mL</u> 未満
やや溶けやすい	10 <u>mL</u> 以上 30 <u>mL</u> 未満
やや溶けにくい	30 <u>mL</u> 以上 100 <u>mL</u> 未満
溶けにくい	100 <u>mL</u> 以上 1,000 <u>mL</u> 未満
極めて溶けにくい	1,000 <u>mL</u> 以上 10,000 <u>mL</u> 未満
ほとんど溶けない	10,000 <u>mL</u> 以上

30. ろ過は、別に規定するもののほか、ろ紙を用いて行う。

31. 確認試験は、添加物を確認するのに役立つ試験であり、~~イオンの反応、官能基の反応、物理定数~~

~~等について試験する。~~中に含有されている主成分等を、その特性に基づいて確認するために必要な試験である。

32. 確認試験は、別に規定するもののほか、通例、規定された液 2～5 ~~mL~~mL をとり量り、内径 8.0～~~15~~18mm の試験管内で行う。
33. 確認試験の項目などにおいて、例えば「炭酸塩の反応を呈する」、「ナトリウム塩の反応を呈する」と記載した場合は、一般試験法の項の定性反応試験法中炭酸塩、ナトリウム塩の試験を行うとき、規定された反応を呈することを意味する。
34. 純度試験は、添加物中の混在物の試験であり、通例、混在を予想される物質の種類及びその量の限度を規定する。
35. 溶状をみるには、別に規定するもののほか、試料を溶媒中に入れ、30 秒～5 分間振り混ぜた後、観察する。溶状において、澄明、ほとんど澄明、わずかに微濁、微濁又は混濁と記載したものは、一般試験法の溶状試験法により判断する。
- ~~36. 澄明、ほとんど澄明、わずかに微濁、微濁又は混濁と記載したものは、一般試験法の濁度試験法によって判断する。~~
- ~~37~~36. 濁らないと記載したものは、その液の澄明度が変化しないことを意味する。
- ~~38~~37. ネスラー管は、内径 20mm、外径 24mm、底から栓の下面までの距離 20cm の無色のガラス製共栓平底試験管で、5 ~~mL~~mL ごとに 50~~mL~~mL まで目盛りを付けたものを用いる。なお、各管の目盛りの高さの差は、2 mm 以下とする。
- ~~39~~38. 乾燥又は強熱するとき、恒量とは、別に規定するもののほか、引き続き更に 1 時間乾燥又は強熱するとき、前後のひょう量秤量差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の 0.1% 以下であることを示す。ただし、ひょう量秤量差が、化学はかりを用いたとき 0.5mg 以下、セミマイクロ化学はかりを用いたとき 50 μ g 以下、マイクロ化学はかりを用いたとき 5 μ g 以下の 0.01mg 以下の場合は、無視し得る量とし、恒量とみなす。
- ~~40~~39. 定量法は、添加物の成分含量又は力価を測定する方法である。成分規格・保存基準各条中に記載した成分含量又は力価の限度は、定量法で得た値の限度を示すものであり、特にその上限を示さない場合は、~~100.5~~101.0% を上限とする。
- ~~41~~40. 試料について単に乾燥し又は強熱しと記載した場合の乾燥又は強熱条件は、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量又は強熱減量の項目とそれぞれ同じ条件であることを示す。また、「本品を乾燥したものは、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項と同じ条件で乾燥したもの、「本品を乾燥物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項で得られた値に従って換算したもの、「本品を無水物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の水分の項で得られた値に従って換算したものを意味する。

容 器

- ~~42~~41. 密封容器とは、通常の取扱い又は貯蔵の間に空気又はその他のガスが侵入しないように内容物を保護する容器をいう。
- ~~43~~42. 遮光した容器とは、光の透過を防ぐ容器又は光の透過を防ぐ包装を施した容器をいう。

B 一般試験法

1. 亜硫酸塩定量法

亜硫酸塩定量法は、亜硫酸塩類をヨウ素と反応させた後、過量のヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで逆滴定し、反応に要したヨウ素の量から亜硫酸塩を定量する方法である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する試料の量を精密に量り、あらかじめ 0.05mol/L ヨウ素溶液 50mL を正確に量って入れた共栓三角フラスコに入れて溶かし、栓をして 5 分間放置した後、塩酸 (2 → 3) 2 mL を加える。次に過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1 ~ 3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

2. イオンクロマトグラフィー

イオンクロマトグラフィーは、イオン交換体などを固定相としたカラム中に、移動相として溶離液を流すことにより、カラムに注入された混合物をイオン交換能の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置データ処理部からなり、カラムは恒温槽カラム槽等により恒温に保たれる。ポンプは、カラム、及び連結チューブ等の中を一定流量で移動相を一定流量で送液することができるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。検出器は、通例、電気伝導度計、紫外吸光光度計等が用いられ、移動相とは異なる性質の成分を検出するものであり、通例、数 µg 以下の物質に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。なお、検出器として電気伝導度計を用いる場合、測定するイオン種成分の検出を損なうことなくバックグラウンドとなる電気伝導度を低減するため、サプレッサを電気伝導度計の前に設けてもよい。サプレッサを用いる場合は、溶離液には通例、水酸化カリウム、炭酸緩衝液、ホウ酸緩衝液等の塩基性溶液を用いるは移動相の電気伝導度を低減し、信号とノイズの比を大きくするためのものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間、又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。

操作法

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に移動相、カラム、検出器及び移動相流量を設定し、カラムを規定の温度で平衡にした後、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。物質の確認は、標準試料と保持時間 (検液を注入してから成分のピークの頂点が現われるまでの時間をいう。以下同じ。)

が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅が広がらないことで行う。定量は、ピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と内標準物質のピーク 面積高さ又はピーク 高さに対する面積標準被検成分のピーク面積又はピーク高さとの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又はと内標準物質質量に対するとの比又は標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積と内標準物質のピーク高さ又はピーク面積との比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める定量を行う。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を測定し、検量線を用いて被検成分量を求める定量を行う。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保って行う。

なお、水は、イオンクロマトグラフィー用精製水を使用し、特に支障のない限り、陰イオン標準液を調製する場合には、ナトリウム塩又はカリウム塩を、陽イオン標準液を調製する場合には、塩化物又は硝酸塩を使用する。

また、いずれの方法の場合にもピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積は、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。~~
- ~~2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。~~

(12) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理装置部を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

3. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは、~~固定相として~~適当な~~溶剤~~固定相を詰めた用いて作られたカラム中に、移動相として液体をポンプなどで加圧して流すことにより、カラムに注入された混合物を固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

装 置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置データ処理部からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム槽、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽等を用いる。ポンプは、カラム及び連結チューブ等の中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充填剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充填したものである。カラムは、恒温槽等により恒温に保たれる。ポンプは、カラム、連結チューブ等の中を一定流量で移動相を送液できるものである。検出器は、通例、紫外及び又は可視の吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計、フォトダイオードアレイ検出器、質量分析計等が用いられ、移動相とは異なる性質の成分を検出するものであり、通例、数 μg 以下の物質に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間、又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。

操 作 法

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に移動相、カラム、検出器及び移動相流量を設定し、カラムを規定の温度で平衡にした後、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収、蛍光などの物性を持たない場合は、適当な誘導体化を行い検出する。誘導体化は、通例、プレカラム法又はポストカラム法による。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅が広がらないことで行う。定量は、ピーク高さ面積又はピーク面積高さをを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と内標準物質のピーク高さ面積又はピーク面積高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さとの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又はと内標準物質量に対する標準被検成分量との比又は標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さとの内標準物質のピーク高さ又はピーク面積との比を求め、検量線を用いて定量を行う被検成分量を求める。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液

及びこれに近い濃度の検液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。

- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線を用いて定量を行う被検成分量を求める。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保つて行う。

なお、いずれの方法の場合にもピーク高さ面積又はピーク面積高さは、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。~~
- ~~2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。~~

(2) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理装置部を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

システム適合性

システム適合性は、添加物の試験に使用するシステムが、当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを確かめることを目的としている。規定された適合要件を満たさない場合には、そのシステムを用いて行った試験の結果を採用してはならない。

システム適合性は、基本的に「システムの性能」及び「システムの再現性」で評価されるが、純度試験においてはこれらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

(1) 検出の確認

純度試験において、対象とする不純物等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確実に検出されることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

(2) システムの性能

被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、原則として、被検成分と分離確認用物質（基本的には、隣接するピークが望ましい）

との分離度、及び必要な場合には、溶出順で規定する。純度試験では、原則として、被検成分と分離確認用物質との分離度及び溶出順で規定する。また、必要な場合には、シンメトリー係数を併せて規定する。ただし、適当な分離確認用物質がない場合には、被検成分の理論段数やシンメトリー係数で規定しても差し支えない。

(3) システムの再現性

標準液あるいはシステム適合性試験用溶液を繰返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつき（精度）が試験の目的にかなうレベルにあることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

システムの再現性の許容限度値は、通常、繰返し注入における被検成分のレスポンスの相対標準偏差（RSD）として規定する。検液の注入を始める前に標準液の注入を繰り返す形だけでなく、標準液の注入を検液の注入の前後に分けて行う形や検液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認してもよい。

繰返し注入の回数は6回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など、1回の分析に時間がかかる場合には、6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように、達成すべきばらつき許容限度値を厳しく規定することにより、繰返し注入の回数を減らしてもよい。

システムの再現性の許容限度値は、当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して、適切なレベルに設定する。

成分規格各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、カラム温度、移動相の組成比、移動相の緩衝液組成、移動相のpH、移動相のイオン対形成剤濃度、移動相の塩濃度、切替え回数、切替え時間、グラジエントプログラム及びその流量、誘導体化試薬の組成及び流量、移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。

用語

(1) SN比：次の式で定義する。

$$S/N = \frac{2H}{h}$$

ただし、H：対象物質のピークの基線（バックグラウンドノイズの中央値）からのピーク高さ

h：対象物質のピークの前後における検液又は溶媒ブランクのクロマトグラムのバックグラウンドノイズの幅

なお、基線及びバックグラウンドノイズは対象物質のピーク高さの midpoint におけるピーク幅の20倍に相当する範囲で測定する。また、溶媒ブランクを用いる場合、対象物質が溶出する位置付近で、上記とほぼ同様の範囲で測定する。

(2) シンメトリー係数：クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので、シンメトリー係数Sとして次の式で定義する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2f}$$

ただし、 $W_{0.05h}$ ：ピークの基線からピーク高さの1/20の高さにおけるピーク幅

f : $W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したとき
のピークの立ち上がり側の距離

なお, $W_{0.05h}$, f は同じ単位を用いる。

(3) 相対標準偏差：通例, 次の式により定義される相対標準偏差 (RSD) (%) で規定する。

$$RSD (\%) = \frac{100}{\bar{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

ただし, x_i : 測定値

\bar{X} : 測定値の平均値

n : 測定回数

(4) ピークの完全分離：ピークが完全に分離するとは, 分離度 1.5 以上を意味する。ベースライン分離ともいう。

(5) ピークバレー比:クロマトグラム上の二つのピークの間でベースライン分離が達成できないときに, それらのピークの間での分離の程度を示す指標となるもので, ピークバレー比 p/v として次の式で定義する。

$$p/v = \frac{H_p}{H_v}$$

ただし, H_p : マイナーピークのピークの基線からのピーク高さ

H_v : マイナーピークとメジャーピークの分離曲線の最下点 (ピークの谷) のピークの
基線からの高さ

(6) 分離係数:クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので, 分離係数 α として次の式で定義する。分離係数 α は, 二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で, 基本的には, 二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の分布の比であるが, 二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める。

$$\alpha = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0}$$

ただし, t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間, $t_{R1} < t_{R2}$

t_0 : 移動相のカラム通過時間 (k = 0 の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)

(7) 分離度:クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので, 分離度 R_s として次の式で定義する。

$$R_s = 1.18 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{\frac{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}}{2}}$$

ただし, t_{R1} , t_{R2} : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間, $t_{R1} < t_{R2}$

$W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$: それぞれのピークの高さの midpoint におけるピーク幅

なお, t_{R1} , t_{R2} , $W_{0.5h1}$, $W_{0.5h2}$ は同じ単位を用いる。

(8) 理論段数：カラム中における物質のバンドの広がり具合を示すもので、通例、理論段数Nとして次の式で定義する。

$$N = 5.54 \times \frac{t_R^2}{W_{0.5h}^2}$$

ただし、 t_R ：物質の保持時間

$W_{0.5h}$ ：ピーク高さの中心におけるピーク幅

なお、 t_R 、 $W_{0.5h}$ は同じ単位を用いる。

注意：試験に用いる試薬及び試液は測定のためとなる物質を含まないものを用いる。

4. 塩化物試験法

塩化物試験法は、**試料添加物**中に混在する塩化物の**許容限度量**を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Clotshite0.041%以下 (0.30 g, **比較液** 0.01mol/L塩酸 0.35**mL**)」とあるのは、本品 0.30 g を量り、試料とし、比較液には、0.01mol/L塩酸 0.35**mL**を用い、試験を行うとき、塩化物が、Cl として 0.041%以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の量のみを規定する場合は、規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約 30**mL**を加えて溶かし、液がアルカリ性の場合は、硝酸 (1→10) を加えて中和**する**。更に硝酸 (1→10) 6 **mL**及び水を加えて 50**mL**とし、検液とする。また、試料液を調製する場合は、試料液をネスラー管に入れ、硝酸 (1→10) 6 **mL**及び水を加えて 50**mL**とし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の 0.01mol/L塩酸を量って入れ、硝酸 (1→10) 6 **mL**及び水を加えて 50**mL**とし、比較液とする。検液が澄明でない場合は、両液を同じ条件でろ過する。

(2) 試験

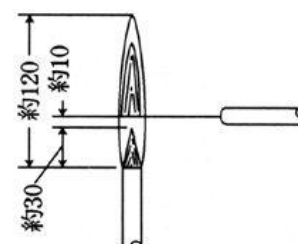
別に規定するもののほか、検液及び比較液に硝酸銀溶液 (1→50) 1 **mL**ずつを加えてよく混和し、直射日光を避け、5分間放置した後、両ネスラー管を黒色を背景とし、**側方上方**及び**上方側方**から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

5. 炎色反応試験法

炎色反応試験法は、ある種の元素がブンゼンバーナーの無色炎をそれぞれ固有の色に染める性質を利用して、その元素の定性を行う方法である。

操作法

試験に用いる白金線は、径約 0.8mm で、先端は直線のままで用いる。試料が固体の場合は、塩酸少量を加えてかゆ状とし、その少量を白金線の先端から約 5 mm までの部分に付け、直ちに図に示すように、ほとんど



(単位mm)

水平に保って無色炎中に入れて試験する。また、試料が液体の場合は、白金線の先端を試料中に約 5 mm 浸し、静かに引き上げて、以下固体の場合と同様に試験する。

炎色反応が持続するとは、その反応が約 4 秒間持続することをいう。

6. 灰分及び酸不溶性灰分試験法

1. 灰 分

灰分試験法は、試料を規定された条件で強熱するとき、残留する物質の量を測定する方法である。

操 作 法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 500～550℃で 1 時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。別に規定するもののほか、分析用試料 2～4 g を採取し、先のるつぼに入れ、その質量を精密に量る。必要ならば~~るつぼのふたをとり、又はずらし、~~緩くふたをして初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて炭化する。更に電気炉に入れ、500～550℃で 4 時間以上強熱して、炭化物が残らなくなるまで灰化し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。再び残留物を恒量になるまで灰化強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

この方法で、なお炭化物が残り、恒量にならないときには、熱湯を加えて浸出し、定量分析用ろ紙を用いてろ過し、残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物とともに炭化し、更に電気炉に入れ、炭化物がなくなるまで 500～550℃で強熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、500～550℃で強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール (95) 少量を加えて潤し、ガラス棒で炭化物を砕き、ガラス棒をエタノール (95) 少量で洗い、エタノールを注意して蒸発させた後、前と同様に操作して質量を精密に量る。

2. 酸不溶性灰分

酸不溶性灰分試験法は、塩酸（1→4）に不溶の灰分の量を測定する方法である。

操 作 法

灰分に塩酸（1→4）25mLを注意して加え、5 分間穏やかに煮沸し、不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し、熱湯でよく洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製、石英製又は磁製のるつぼ中に入れ、加熱して炭化し、更に電気炉に入れ、3 時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。得られた値が規定の値より大きい場合は、恒量になるまで強熱する。

7. 核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴（以下「NMR」という。）スペクトル測定法は、静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することに伴ってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり、得られる化学シフト、スピンスピン結合定数、シグナル面積強度、緩和時間のパラメーターを利用し、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。なお、測定対象とする核は主に ^1H 、 ^{13}C 、 ~~^{15}N 、 ^{19}F 、 ^{31}P~~ 等で

ある。

本試験法における化学シフト (δ) は、次の通りとする。

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ただし、 ν_S : 試料核の共鳴周波数

ν_R : 基準核の共鳴周波数

δ_R : 基準核の化学シフト (0でない場合)

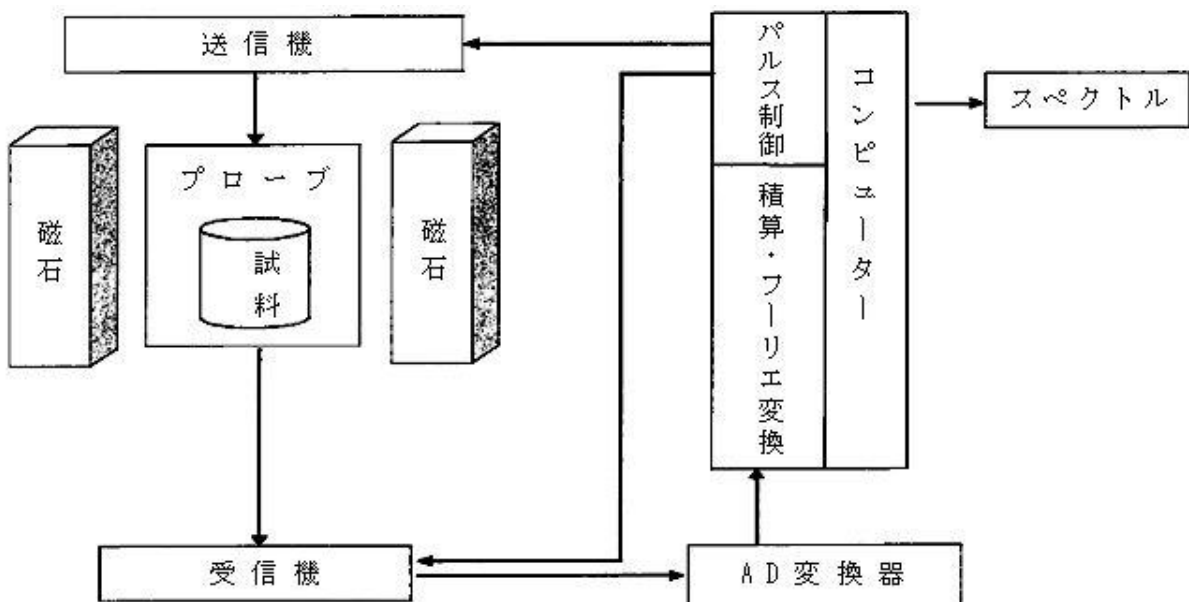
通例、化学シフトは、基準物質 (基準核) のシグナルの位置を 0 とした ppm 単位で表す。

装 置

~~NMR スペクトルの測定は次のいずれかの装置による。~~

~~(1) パルスフーリエ変換 NMR (FT-NMR) スペクトル測定装置を用いる。~~

概略は、[次の図 1](#)による。



[図 1](#)

~~(2) 連続波 NMR (CW-NMR) スペクトル測定装置~~

概略は、[図 2](#)による。

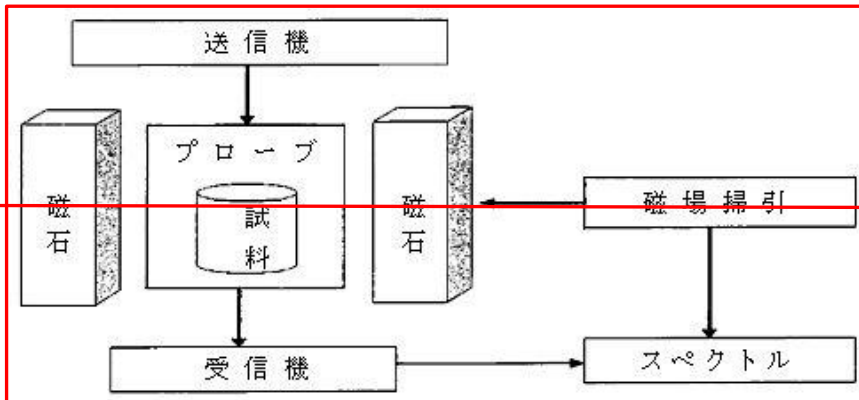


図2

操作法

装置の感度及び分解能をエチルベンゼン、1,2-ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドのNMR測定用重水素化溶媒溶液等を用いて至適条件に調整した後、通例、次の方法でスペクトルを測定する。

- (1) 試料を溶媒に溶かし、少量の基準物質を加え、その溶液をNMR試料管に注入する内部基準法、又は基準物質の溶液を封入した細管を別に規定する検液とともにNMR試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管をNMRプローブに設置してスペクトルを測定する。検液は完全に均一な溶液であることが望ましい。特に、固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない。測定溶媒としては、通例NMR測定用重水素化溶媒を用いる。溶媒の選択に当たっては、(i) 試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと、(ii) 試料をよく溶かすこと、(iii) 試料と反応しないこと等を考慮する必要がある。ただし、溶媒の種類、溶液の濃度、重水素イオン濃度等により化学シフトが変化することがある。また、試料溶液検液の粘度が高い場合には、分解能が低下するので注意する。
- (2) 基準物質としては、NMR測定用試薬を用いる。通例、 ^1H 、 ^{13}C のいずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン (TMS) 等を、重水を用いた場合は3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム(DSS)又は3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム= d_4 (TSP)-DSS- d_6 、1,4-BTMSB- d_4 等を用いる。その他の核では、 ^{15}N はニトロメタン、 ^{19}F はトリクロロフルオロメタン、 ^{31}P はリン酸等を用いる。また、基準物質を入れずに、重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の ^{13}C の化学シフトを用いることもできる。

なお、基準物質のシグナル位置が0とできない場合は、その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する。

装置及び測定条件の記載

測定条件の違いによりスペクトルは異なるので、スペクトルの比較などを適切に行うために、測定に用いた装置名、装置の周波数、測定溶媒、測定温度、試料濃度、基準物質、測定手法等の測定条件を記載する。

8. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、移動相として気体（キャリアーガス）を流すことにより、カラムに注入された混合物を気体状態で展開させ、固定相に対する保

持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、気体、液体又は気化できる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法などに用いる。

装 置

通例、キャリアガス導入部流量制御部、試料導入部、~~恒温槽に内蔵された~~カラム、カラム槽、検出器及び記録装置データ処理部からなり、必要ならば燃焼ガス、助燃ガス、付加ガスなど等の導入装置及び流量制御装置部や、気体・液体試料導入部あるいはヘッドスペース用試料導入装置などサンプラー等を用いる。キャリアガス導入部流量制御部は、キャリアガスを一定流量でカラム中に送るもので、通例、調圧弁、流量調節弁、圧力計等で構成される。試料導入部は、試料をキャリアガス流路中に導入するための部分で、使用するカラムによって、キャピラリーカラム用と充填カラム用に大別される。なお、キャピラリーカラム用試料導入方法には、分割導入方式（スプリット）と非分割導入方式（スプリットレス）等がある。カラム槽は、必要な長さのカラムを収容できる容積があり、カラムを必要な温度に保つための温度制御機構を持つものである。検出器は、通例、熱伝導度検出器、水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器、窒素リン検出器、炎光光度検出器、質量分析計等が用いられ、キャリアガスとは異なる性質の成分を検出するものである。~~記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。~~データ処理部は、クロマトグラム、保持時間、又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。

操作 法

別に規定するもののほか、次の方法による。

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に検出器、カラム、温度及びキャリアガス流量を設定し、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅も広がらないことで行う。

定量は、ピーク高さ面積又はピーク面積高さを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と内標準物質のピーク高さ面積又はピーク面積高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さとの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又はと内標準物質量に対するとの比又は標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さとの比を求め、検量線を用いて定量を行う。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液及びこれに近い濃度の検液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグ

ラムを記録させ、被検成分のピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線を用いて 被検成分量を求める定量を行う。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保って行う。

- (3) 標準添加法 試料の溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの1個を除き、採取した液に被検成分の標準液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ検液とする。検液をそれぞれ一定量ずつ 正確に 再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積 又はピーク高さ を求める。それぞれの検液に加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に 標準液の添加による被検成分の増加量を 横軸に、縦軸に ピーク面積 又は高さ を 縦軸に をとり、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める。
~~通例、標準液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめる。~~なお、本法は、絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が、原点を通る直線であるときに適用できる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。

なお、いずれの方法の場合にもピーク 面積高さ 又はピーク 高さ面積 は、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法~~ ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- ~~2) 自動ピーク高さ法~~ 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。

(2) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理 装置部 を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

なお、試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる。

システム適合性

3. 液体クロマトグラフィーのシステム適合性の規定を準用する。

成分規格各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、固定相の濃度又は厚さ、カラム温度、昇温速度、キャリアーガスの種類及び流量、スプリット比は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。また、ヘッドスペースサンプラー及びその操作条件は、規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる。

用語

3. 液体クロマトグラフィーの用語の定義を準用する。

注意

試験に用いる試薬及び試液は測定のためとなる物質を含まないものを用いる。

9. カルシウム塩定量法

カルシウム塩定量法は、カルシウム塩類の含量を、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA)~~
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを用いて定量する方法で、~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸~~
二水素二ナトリウム溶液による直接滴定法（第1法）と、過量の ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素~~
二ナトリウム溶液を加えた後、酢酸亜鉛溶液で滴定する逆滴定法（第2法）がある。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

第1法 別に規定する検液 10mL を正確に量り、水 50mL を加え、水酸化カリウム溶液（1→10）
10mL を加えて約1分間放置した後、NN指示薬約0.1gを加え、直ちに0.05mol/L ~~EDTA-エチレ~~
ンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色
となる時とする。

第2法 別に規定する検液 20mL を正確に量り、0.02mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素~~
二ナトリウム溶液 25mL を正確に量って加え、次に水 50mL 及び~~アンモニア・塩化アンモニウム~~
緩衝液 (pH10.7) ~~—アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ 5 mL を加えて約1分間放置した後、エリオク
ロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.025g~~ 25mg を加え、直ちに過量の ~~EDTA-エチレンジアミン~~
四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L酢酸亜鉛溶液で滴定する。終点は、液の青色が青紫色と
なる時とする。別に空試験を行う。

10. 乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は、試料を規定された条件で乾燥するとき失われる水分及び揮発性物質の量を測定
する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.50%以下（105℃、3時間）」とあるのは、試料
1～2gを精密に量り、105℃で3時間乾燥するとき、その減量が試料の採取量に対して0.50%以下
であることを示し、また、「~~0.505.0%~~以下（減圧 0.5g, 1.3kPa以下、24時間）」とあるのは、試料約
1～2~~0.5~~gを精密に量り、シリカゲルを乾燥剤としたデシケーターに入れ、2.0~~1.3~~kPa以下の減圧下
で24時間乾燥するとき、その減量が試料の採取量に対して0.505.0%以下であることを示す。

操作法

あらかじめひょう量秤量瓶を別に規定する乾燥条件に準じて約30分間以上乾燥し、加熱した場合は
デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに
粉碎して径約2mm以下の大きさとし、別に規定するもののほか、その1～2gを先のひょう量秤量瓶
に入れ、厚さ5mm以下の層となるように広げた後、その質量を精密に量る。次に、乾燥温度を規定す
る場合は、秤量瓶~~これ~~を乾燥器に入れ、特に規定しない場合はシリカゲルを乾燥剤としたデシケータ
ーに入れ、栓をとってそばに置き、別に規定する条件で乾燥した後、栓をして乾燥器又はデシケータ

一から取り出してその質量を精密に量る。加熱した場合は、別に規定するもののほか、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。なお、試料が規定の乾燥温度より低い温度で融解する場合は、その融解温度より5～10℃低い温度で1～2時間乾燥した後、別に規定する乾燥条件で乾燥する。

11. 凝固点測定法

凝固点は、次の方法で測定する。

装 置

概略は、第1図による。

A：ガラス製円筒（内外の壁に曇り止めのためシリコン油を塗る。）

B：試料容器（硬質ガラス製試験管で、必要があれば壁に曇り止めのためシリコン油を塗る。ただし、内壁の試料に接する部分には塗らない。A中に差し込み、コルク栓で固定する。）

C：標線

D：ガラス製又はプラスチック製冷却浴

E：ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒（径3mm、下端を外径18mmの輪状にしたもの）

F：浸線付温度計（棒状）

G：補助温度計

H：浸線

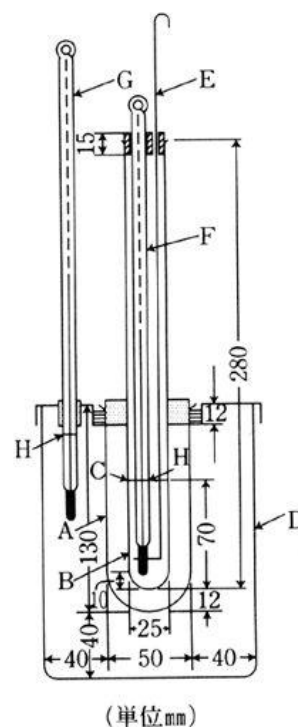
操 作 法

ガラス製又はプラスチック製冷却浴Dに予想される凝固点よりも5℃低い温度の水をほぼ全満する。

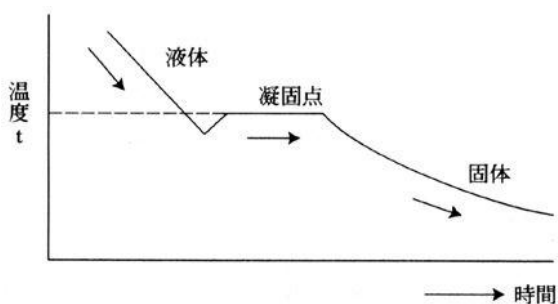
試料が常温で液体の場合は、Dの水を予想した凝固点より10～15℃低くする。試料を試料容器Bの標線Cまで入れる。試料が固体の場合は、予想される凝固点よりも20℃以上高くないように注意して加温して溶かし、Bに入れる。Bをガラス製円筒A中に差し込み、浸線付温度計Fの浸線Hを試料のメニスカスに合わせた後、試料の温度が予想される凝固点よりも5℃高い温度まで冷却されたとき、かき混ぜ棒Eを毎分60～80回の割合で上下に動かし、30秒間ごとに温度を読む。温度は、徐々に下がるが、結晶が析出し始めて温度が一定になるか、又はやや上がり始めたとき、かき混ぜをやめる。

通例、温度は、上昇の後にしばらく一定になる。この維持された最高温度（Fの示度）を読み取る（第2図）。温度上昇の起こらない場合は、しばらく静止した温度を読み取る（第3図）。連続4回以上の読み取り温度の範囲が0.2℃以内のとき、その平均値をとり、凝固点とする。

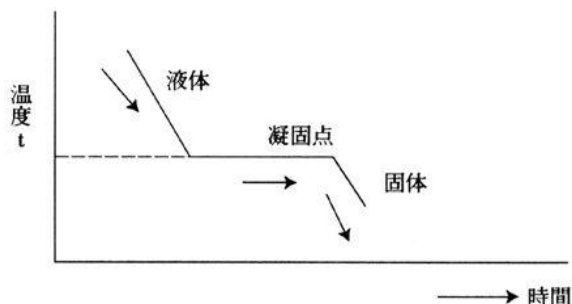
なお試料中に混在する不純物が多い場合は、凝固点曲線は、第2図のようにはならず、第3図、第4図又は第5図のようになる。第4図と第5図の場合は、固相と液相の延長線の交点をグラフから求めて凝固点とし、第3図の場合は、第2図に準ずる。



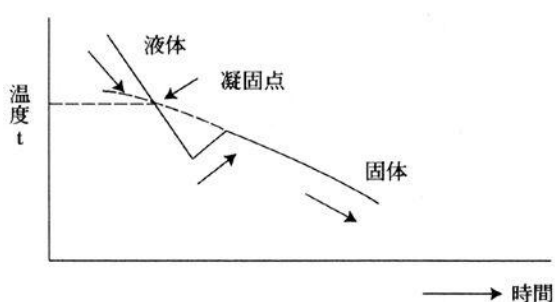
第1図



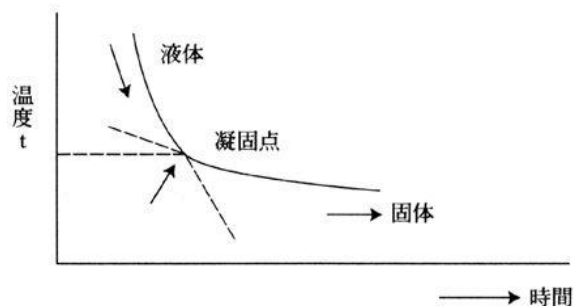
第2図



第3図



第4図



第5図

注意：過冷の状態が予想される場合は、Bの内壁をこするか、温度が予想される凝固点に近づいたとき、固体試料の薄片を投入して凝固を促進させる。

12. 強熱減量試験法

強熱減量試験法は、試料を規定された条件で強熱するとき失われる水分その他の混在物の量を測定する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「18.0～24.0%」とあるのは、試料1～2 gを精密に量り、450～550℃で3時間強熱するとき、その減量が試料の採取量に対して18.0～24.0%であることを示す。「10%以下 (0.5 g, 1,000℃, 30分間)」とあるのは、試料約0.5 gを精密に量り、1,000℃で30分間強熱するとき、その減量が試料の採取量の10%以下であることを示す。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものを試料として試験を行う。

操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを別に規定する強熱条件に準じて約30分間以上強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに粉碎して径約2 mm以下の大きさとし、別に規定するもののほか、その1～2 gを先のるつぼに入れ、その質量を精密に量る。これを電気炉に入れ、別に規定するもののほか、450～550℃で3時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

る。

13. 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料に硫酸を加えて強熱するとき残留する物質の量を測定する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「~~0.100.5~~%以下」とあるのは、試料1～2 gを精密に量り、次の操作法によるとき硫酸を加え、~~450～550℃で3時間強熱するとき~~、その残分が試料の採取量に対して~~0.100.5~~%以下であることを示す。「~~7.00.02~~%以下（~~3.5~~ g、~~800850~~℃、~~1530~~分間、乾燥物換算）」とあるのは、試料約~~3.5~~ gを精密に量り、次の方法により操作し硫酸を加え、~~800850~~℃で~~1530~~分間強熱するとき、その残分が乾燥物換算した試料の採取量に対して~~0.027.0~~%以下であることを示す。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものを試料として試験を行う。

操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 600±50℃又は別に規定する強熱条件に準じて約30分間以上強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに粉碎して径約2 mm以下の大きさとする。別に規定するもののほか、その1～2 gを先のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、硫酸少量、通例、1 mLを加えて潤し、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化炭化した後、放冷する。更に硫酸 1 mLを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど白煙が発生しなくなった後、電気炉に入れ、別に規定するもののほか、600±50450～550℃で3時間強熱する。次にるつぼをデシケーター中で放冷し、その質量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合していない場合は、残留物が恒量になるまで強熱する。別に規定するもののほか、更に上記と同様の硫酸による湿潤、加熱及び30分間の強熱操作を繰り返す、前後の秤量差が0.5mg以下になるか、又は規格値以下になったときに試験を終了する。

14. 屈折率測定法

屈折率測定法は、空気中から試料中に光が進むときにその界面で生じる屈折現象における入射角 i の正弦と屈折角 r の正弦との比、すなわち試料の空気に対する屈折率を測定する方法である。空気中とは大気圧の空気の存在する場所であり、測定用の光はナトリウムスペクトルのD線を用いる。屈折率は、投射される光の波長と温度によって変化するので n_D^t で表す。tは測定温度（℃）であり、DはD線を示す。等方性の物質の場合、光の波長、温度及び圧力が一定のとき、屈折率は、物質に固有の定数である。~~よ、したがって、物質の純度の試験に用いる。~~

~~屈折率 n_D^t とは、光線としてナトリウムスペクトル中のD線を用い、温度 t ℃で測定したときの空気に対する屈折率を意味する。~~屈折率の測定には、屈折率の測定範囲が1.300～1.700で、0.0001のけたまで読み取ることのできる屈折計別に規定するもののほか、通例、アッペ屈折計を用い、規定温度の±0.2℃の範囲内で行う。

15. 原子吸光光度法

原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき、基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試料中の被検元素量（濃度）を測定する方法である。

装 置

通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。また、バックグラウンド補正部を備えたものもある。光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプ等を用いる。試料原子化部はフレーム方式、電気加熱方式及び冷蒸気方式があり、冷蒸気方式は、試料中の水銀を原子蒸気化するためのもので、更に還元気化法及び加熱気化法に分けられる。フレーム方式は、バーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は、電気加熱炉及び電源部、冷蒸気方式は、還元気化器や加熱気化器等の水銀発生部及び吸収セルからなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は、検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。バックグラウンド補正部はバックグラウンドを補正するためのもので、方式には連続スペクトル光源方式、ゼーマン方式、非共鳴近接線方式、自己反転方式がある。

その他の特殊な装置として、水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり、ヒ素やセレンなどの分析に用いることができる。水素化物発生装置には、貯留式又は連続式があり、加熱吸収セルには、フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある。

操 作 法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

- (1) フレーム方式 別に規定する光源ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い、これらの混合ガスに点火してガス流量及び圧力を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。
- (2) 電気加熱方式 別に規定する光源ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードを適当に設定して、乾燥させ、灰化させ、原子化を行いさせ、その吸光度を測定する。
- (3) 冷蒸気方式 別に規定する光源低圧水銀ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に還元気化法では検液又は標準液若しくは比較液を密閉容器にとり、適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後、気化させる。また、加熱気化法では試料を加熱して気化させる。これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する。

定量は、通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

- (1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その吸光度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した検液の吸光度を測定

した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

- (2) 標準添加法 同量の検液 3 個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、吸光度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。
- (3) 内標準法 内標準元素の一定量に対して標準被検元素の既知量をそれぞれ段階的に加え、~~た~~標準液を数種類調製する。それぞれの溶液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による吸光度及び内標準元素による吸光度を同一条件で測定し、標準被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度の比をとり、検量線を作成する。次に標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬、~~・~~試液及びガスは、測定の妨げとならないものを用いる。

16. 香料試験法

1. アルコール類含量

アルコール類含量とは、試料中に含まれるアルコール類の含量である。

操作法

~~別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。~~

第1法

試料 10~~mL~~mL を正確に量り、100~~mL~~mL のフラスコに入れ、無水酢酸 ~~mL~~mL 及び~~無水~~酢酸ナトリウム 1 g を加え、空気冷却器を付けてホットプレートで 1 時間穏やかに煮沸する。次に 15 分間放冷した後、水 50~~mL~~mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 15 分間加熱する。冷後、内容物を分液漏斗に移し、水層を分離する。油層は、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液（1→8）で洗液がアルカリ性となるまで洗い、更に塩化ナトリウム溶液（1→10）で洗液が中性となるまで洗い、乾燥した容器に入れ、~~無水~~硫酸ナトリウム約 2 g を加えてよく振り混ぜ、約 30 分間放置した後、ろ過する。ここに得たアセチル化油について別に規定する量を精密に量り、香料試験法中のエステル価の試験を行う。このエステル価をアセチル価と呼び、次式により求める。

アセチル価 = $((a - b) \times 28.05) / \text{アセチル化油の採取量 (g)}$

アルコール類含量 (%) = $((\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5) / ([\text{アセチル化油の採取量 (g)} - 0.02102 (a - b)] \times 1,000)) \times 100$ ~~(%)~~ = $(\text{アセチル価} \times \text{アルコールの分子量}) / (561.1 - (0.4204 \times \text{アセチル価}))$ ~~(%)~~

ただし、a：空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (~~mL~~mL)

b：本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (~~mL~~mL)

第2法

~~別に規定する量の試料を精密に量り、200mL の共栓フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を正確に量って加える。すり合せの部分 2～3 滴のピリジンでぬらし、軽く栓をして水浴中で~~

~~1時間加熱する。冷後、栓及びフラスコの内壁を洗うように水 10ml を加える。栓をしてよく振り混ぜた後、常温まで冷却し、中和エタノール 5ml ですり合せ部分及びフラスコの内壁を洗い込み、0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する（指示薬 クレゾールレッド・チモールブルー試液 2～3 滴）か、又は電位差計を用いて確認する。別に空試験を行う。~~

$$\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルコール類含量} = \frac{\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 (\%)$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

~~ただし、a : 空試験における 0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)~~

~~b : 本試験における 0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)~~

2. アルデヒド類又はケトン類含量

アルデヒド類又はケトン類含量は、アルデヒド又はケトンがヒドロキシルアミン (NH₂OH) と反応する性質を利用し、求める。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

第1法

別に規定する量の試料を精密に量り、~~0.5mol/L 塩酸ヒドロキシルアミン溶液~~ 0.5mol/L 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 50ml を正確に量って加え、よく振り混ぜた後、別に規定する時間放置するか、又は還流冷却器を付けて水浴中で別に規定する時間穏やかに 加熱煮沸 し、室温まで冷却する。次に遊離した酸を ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 で滴定する。終点は、電位差計を用いるか、又は液が緑黄色となるときとする。別に空試験を行い補正し、次式により含量を求める。

$$\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルデヒド類又はケトン類含量 } (\%) = \frac{\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

ただし、a : 本試験における ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (ml)

b : 空試験における ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (ml)

第2法

別に規定する量の試料を精密に量り、ヒドロキシルアミン試液 75ml を正確に量って加え、よく振り混ぜた後、別に規定する時間放置するか、又は還流冷却器を付けて水浴中で別に規定する時間穏やかに 加熱煮沸 し、室温まで冷却する。次に、過量のヒドロキシルアミンを 0.5mol/L 塩酸で滴定する。終点は、電位差計を用いるか、又は液の紫色が緑黄色となるときとする。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルデヒド類又はケトン類含量 } (\%) = \frac{\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

ただし、a : 空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (ml)

b : 本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

3. エステル価

エステル価とは、試料 1 g 中に含まれるエステルのけん化に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「3.0 以下 (5 g, 香料試験法)」とあるのは、本品約 5 g を量り、次の方法によるとき、エステル価が、3.0 以下であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する量の試料を精密に量り、200mL のフラスコに入れ、エタノール (95) 10mL 及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、水酸化カリウム溶液 (1 → 250) で中和し、~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間穏やかに煮沸加熱する。冷後、過量の水酸化カリウムを 0.5mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、~~(指示薬 (フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴) か、)~~又は電位差計を用いて滴定する。別に空試験を行い、次式によりエステル価を求める。

$$\text{エステル価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a : 空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

4. エステル含量

一塩基性酸のエステルの含量は、香料試験法中のエステル価の試験を行い、次式により求める。

$$\text{エステル含量 (\%)} = \frac{\text{エステルの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 = \frac{\text{エステル価} \times \text{エステルの分子量}}{561.1}$$

ただし、a 及び b は、エステル価の a 及び b を用いる。

~~5. ハロゲン化合物~~

~~ハロゲン化銅の炎色反応を利用し、ハロゲン化合物の有無を試験する。~~

~~操作法~~

~~幅 1.5cm、長さ 5cm、網目約 1mm の銅網を先端に巻きつけた銅線を用いる。この銅網をバーナーの無色炎中で炎に緑色を認めなくなるまでよく焼いた後、放冷し、更にこの操作を数回繰り返す。冷後、この銅網に試料 2 滴を付けて燃やし、この操作を 3 回繰り返した後、この銅網を約 4cm の高さに調整した無色炎の外縁で焼く。このとき炎は、緑色を呈さない。~~

6.5. けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中に含まれるエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する量の試料を精密に量り、200mL のフラスコに入れ、~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に量って加え、還流冷

却器を付けて水浴中で1時間穏やかに加熱煮沸する。冷後、過量のアルカリを0.5mol/L塩酸で滴定する。終点の確認は、指示薬(フェノールフタレイン試液1 mL)か、又は電位差計を用いて滴定する。別に空試験を行い、次式によりけん化価を求める。

$$\text{けん化価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a：空試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

b：本試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

7.6. 酸価

酸価とは、試料1gを中和するのに要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、6.0以下(香料試験法)と規定する場合は、次の方法によるとき、酸価が、6.0以下であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約10gを精密に量り、中和エタノールエタノール(中和)約50mLを加え、必要があれば加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、しばしば振り混ぜながら、0.1mol/L水酸化カリウム溶液でマイクロビュレットを用い、30秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定し、又は電位差計を用いて滴定する。

$$\text{酸価} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化カリウム溶液の消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

8. フェノール類含量

~~フェノール類含量は、試料中に含まれる水酸化アルカリ可溶物の含量である。~~

操作法

~~別に規定するもののほか、次の方法による。~~

~~試料10mLを正確に量り、150mLのカシアフラスコに入れ、よく振り混ぜながら1mol/L水酸化カリウム溶液75mLを3回に分けて加え、更に5分間よく振り混ぜる。30分間放置した後、1mol/L水酸化カリウム溶液を徐々に加え、不溶性の油分をカシアフラスコの日盛部に上昇させ、1時間放置した後、その油量(mL)を測定し、次式により含量を求める。~~

$$\text{フェノール類含量 (vol\%)} = 10 \times [10 - \text{不溶性の油量 (mL)}] - (\text{vol\%})$$

9.7. 香料のガスクロマトグラフィー

装置

一般試験法の項7.8. ガスクロマトグラフィーに準拠する。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。なお、試料が固体の場合、別に規定する溶媒に溶解した後、同様に操作する。

面積百分率法

この方法は、保存により不揮発成分等を生成せず、すべての成分が溶出し、かつ被検成分と不純物がクロマトグラム上で分離することが明らかな試料に用いる。検液注入後、0~40分の間測定時

間内に現れるすべての成分の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。ただし、試料が固体で溶媒に溶解する場合は、別に、溶媒によりりで同様に試験を行い、溶媒由来のピークを確認後、溶媒由来のピークを除いたピーク面積の総和を 100 とする。

操作条件(1)

沸点が 150℃以上 200℃未満の試料に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器

カラム 内径 0.25～0.53mm, 長さ 30～60m の ケイ酸ガラス製の細管 フューズドシリカ管の内面に、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ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25～1 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃ から で 注入し, 毎分 5℃で 230℃まで 昇温し, 230℃に到達後, を 4 分間保持する。

注入口温度 225～275℃

検出器温度 250～300℃

~~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範囲を超えないように設定する。~~

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に現れるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:30～1:250 (いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

測定時間 40 分

操作条件(2)

沸点が 150℃未満の試料に適用する。

~~検出器, 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器カラム 内径 0.25～0.53mm, 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。 注入口温度, 検出器温度, キャリヤーガス, 流量, 注入方式, スプリット比及び測定時間は操作条件(1)を準用する。~~

カラム温度 50℃で注入し, 5 分間保持したた, その後, 毎分 5℃で, 230℃まで 昇温する。

~~注入口温度 125～175℃~~

~~検出器温度 250～300℃~~

~~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範囲を超えないように設定する。~~

~~キャリアーガス ヘリウム又は窒素~~

~~流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に現れるように調整する。~~

操作条件(3)

沸点が 150℃未満で被検成分に比べ、想定される不純物の沸点が高い試料に適用する。

検出器, カラム, 注入口温度, 検出器温度, キャリヤーガス, 注入方式及びスプリット比は操作条件(1)を準用する。

カラム温度 50℃で注入し, 5 分間保持した後, 毎分 5℃で 230℃まで昇温し, 230℃を 19 分間保持する。

流量 被検成分のピークが 5～10 分間に現れるように調整する。

測定時間 60 分

操作条件(4)

沸点が 200℃以上の試料に適用する。

検出器, カラム, 注入口温度, 検出器温度, キャリヤーガス, 注入方式及びスプリット比は操作条件(1)を準用する。

カラム温度 100℃以上で注入し, 毎分 5℃で 230℃まで昇温し, 230℃を分析時間終了まで保持する。なお, 被検成分が 5～20 分間に溶出するように初期温度と流量を設定する。

測定時間 60 分

17. 紫外可視吸光度測定法

紫外可視吸光度測定法は、通例, 波長 200nm から 800nm までの範囲の光が, 物質により吸収される度合いを測定し, 物質の確認, 純度の試験及び定量などを行う方法である。ただし, 原子吸光度計を用いる方法は, 別に規定する方法による。~~試料が一定の狭い波長範囲の光を吸収する度合いを測定する方法である。~~物質の溶液の紫外・可視及び紫外吸収スペクトルは、その物質の化学構造によって定まる。したがって種々の波長における吸収を測定して物質を確認することができる。通例、吸収の極大波長 (λ_{\max}) 又は極小波長 (λ_{\min}) における一定濃度の溶液の吸光度を測定して、確認試験、純度試験及び定量法に用いる。

単色光が、ある物質の溶液を通過するとき, 透過光の強さ (I) のと入射光の強さ (I₀) に対するとの比率を透過度 (t)~~T~~ といい、これを百分率で表したものを透過率 Tという。また、透過度の逆数の常用対数を吸光度 (A) という。

$$t = \frac{I}{I_0} \quad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100t \quad A = \log(I_0 / I)$$

吸光度 (A) は、液の濃度 (c) 及び層長液層の長さ (l) に比例する。なお, 層長 (測定した溶液層の長さ) は, 光路長あるいはセル長という場合もある。

$$A = kcl \quad (k \text{ は定数})$$

l を 1 cm, c を吸光物質の濃度 1 w/v % 溶液に換算したときの吸光度を比吸光度 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$), l を 1 cm, c を吸光物質の濃度 1 mol/L 溶液に換算したときの吸光度をモル分子吸光係数 (ϵ) という。吸収極大波長における分子吸光係数は、 ϵ_{\max} で表す。

~~紫外可視吸光度測定は, 規定の溶媒を用いた液について行う。~~

~~液の濃度は, 測定で得た吸光度が 0.2～0.7 の範囲となるものが適当で, 液の吸光度がこれより高い値を示す場合は, 適当な濃度まで溶媒で薄めた後, 測定する。~~

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 又は ϵ を求める場合は、次式による。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{a}{c (\%) \times 1} \quad \epsilon = \frac{a}{c (\text{モル}) \times 1}$$

ただし、l : 液層の長さ層長 (cm)

- a : 測定で得た吸光度
c (%) : 溶液の濃度 (w/v %)
c (モル) : 溶液の濃度 (mol/L)

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265nm) = 445~485 と規定する場合は、波長 265nm において別に規定する方法により、吸光度を測定するとき、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ が 445~485 であることを示す。

装置及び調整操作法

測定装置として光電分光光度計又は光電光度計を用いる。~~光電分光光度計は、モノクロメーターと光電光度計を備えたもので、光源としては、可視吸収測定にはタンダステンランプ、紫外吸収測定には重水素放電管を用いる。セルは、可視吸収測定にはガラス製又は石英製、紫外吸収測定には石英製を用い、別に規定するもののほか、層長は、1cm のものを用いる。測光方式には単光束 (シングルビーム) と複光束 (ダブルビーム) がある。単光束型の装置の場合、対照、試料の順に測定を行う。複光束型の装置では通例、対照、試料を各々の光路に置き、同時に測定する。~~

~~通例、まず波長目盛りを別に規定する測定波長に合わせ、対照液を光路に入れ、調整して吸光度 0 を示すようにする。対照液には、別に規定するもののほか、測定する液の溶媒を用いる。次に測定する液を光路に入れ換えて、このとき示す吸光度を読み取る。あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後、波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する。~~

波長及び吸光度目盛りの校正

~~波長目盛りは、通例、石英水銀アーク灯若しくはガラス水銀アーク灯の 239.95nm、253.65nm、302.15nm、313.16nm、334.15nm、365.48nm、404.66nm、435.83nm、546.10nm の波長又は重水素放電管の 486.00nm、656.10nm の波長を用いて校正する。~~

~~吸光度目盛りは、重クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末とし、100~110°Cで3~4時間乾燥した後、その約 0.06g を精密に量り、0.005mol/L 硫酸を加えて溶かし、正確に 1,000ml とした液を用いて校正する。この液の $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ は、波長 235nm(極小)、257nm(極大)、313nm(極小)及び 350nm(極大)において、それぞれ 122.9~126.2(基準値 124.5)、142.4~145.7(基準値 144.0)、47.0~50.3(基準値 48.6)及び 104.9~108.2(基準値 106.6)である。~~

波長は、波長校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し、透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき、その測定波長と基準値の波長のずれは±0.5nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値±0.2nm 以内である。なお、重水素放電管の 486.00nm、656.10nm 又は低圧水銀ランプの 253.65nm、365.02nm、435.84nm、546.07nm の輝線を用いて試験を行うことができる。このときの測定波長と輝線の波長とのずれは±0.3nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値±0.2nm 以内である。

透過率又は吸光度は、透過率校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき、その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ 1% を加えた値以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、吸光度の測定値 (あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値) は、吸光度が 0.500 以下のとき、いずれも平均値±0.002 以内にあり、吸光

度が0.500を超えるとき、いずれも平均値±0.004以内にある。なお、同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い、透過率の直線性の確認を行うことが望ましい。

操作法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い、光源、検出器、装置の測定モード、測定波長又は測定波長範囲、スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し、設定する。装置を作動させ一定時間放置し、装置が安定に作動することを確認する。次に、通例、試料光路にシャッターを入れて光を遮り、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する。更にシャッターを除き、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値が100%（又は吸光度がゼロ）になるように調整する。

通例、試料測定に先だつてブランク（対照液を入れたセル等）を光路に置き、透過率の指示値を100%（又は吸光度をゼロ）に調整する。対照液には、別に規定するもののほか、試験に用いた溶媒を用いる。

次に測定しようとする溶液を入れたセルを光路に置き、目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する。

なお、セルは、通例、紫外部の吸収測定には石英製、可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い、別に規定するもののほか、層長は、1 cmとする。また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し、測定の妨げにならないものを用いる。

溶液の濃度は、単光束吸光光度法で測定を行う場合は、測定で得た吸光度が0.2～0.7の範囲、複光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.4～1.4の範囲となるものが適当で、液の吸光度がこれより高い値を示す場合は、適当な濃度まで溶媒で薄めた後、測定する。

18. 色価測定法

色価測定法は、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定し、~~することにより~~、着色料中の色素濃度（色価）を測定する方法である。通例、色価は、着色料溶液の可視部での極大吸収波長における吸光度を測定し、10w/v%溶液の吸光度に換算した数値（ $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ）で表す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。~~ただし、吸光度の測定には、検液の吸光度が、0.3～0.7の範囲に入るように調整したものを用いる。~~

~~別に規定するもののほか、~~表示された色価により、表に示される試料の量を精密に量り、メスフラスコに入れ、別に規定する溶媒約10~~mL~~を加えて溶かし、更に溶媒を加えて正確に100~~mL~~とし、必要があれば遠心分離又はろ過し、試料溶液とする。この試料溶液を吸光度測定用の検液とする。~~ただし、吸光度の測定には、検液の吸光度が、単光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.2～0.7の範囲、複光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.4～1.4の範囲に入るように、~~~~し、~~必要があれば表に示される希釈倍率に従って試料液を正確に希釈し、検液とする。

~~別に規定するもののほか、~~検液を調製した溶媒を対照とし、別に規定する波長で液層の長さ層長1 cmでの吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。色価の測定は、調製後の退色による影響を避けるため、検液の調製後、速やかに行うものとする。

$$10 \times A \times F$$

えて50mLとし、比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、緩くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸2 mL及び硫酸5滴を加え、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、450～550℃で灰化するまで強熱する。冷後、塩酸2 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、熱湯10 mLを加えて2分間加温する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに硝酸2 mL、硫酸5滴及び塩酸2 mLを入れ、加熱して蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に別に規定する量の鉛標準液、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

第3法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、初めは注意して弱く加熱して炭化し、次に強熱して灰化する。冷後、王水1 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸3滴で潤し、熱湯10 mLを加えて2分間加温する。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤くなるまで加えた後、酢酸溶液（1→20）2 mLを加え、必要がある場合はろ過し、水10 mLで洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに王水1 mLを入れ、水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製の場合と同様に操作し、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、別に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硝酸マグネシウム・硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1→10）10 mLを加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸1 mLを加え、注意して加熱した後、500～600℃で強熱して灰化する。この方法で炭化物が残る場合は、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸3 mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、この残留物を塩酸3滴で潤し、水10 mLを加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに硝酸マグネシウム・硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1→10）10 mLをとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸1 mLを加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に、別に規定する量の鉛標準液、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

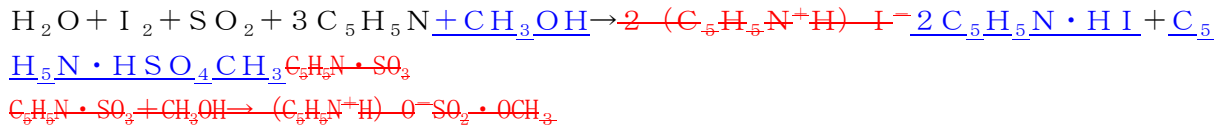
ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、両ネスラー管を白色の背景を用い、上方及び側方から観察するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

20. 水分測定法（カールフィッシャー法）

水分測定法は、メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在下で、水がヨウ素及び二酸化硫黄と次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である。



測定法には、容量滴定法と電量滴定法がある。

容量滴定法は、反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ、試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より、水分を測定する方法である。

電量滴定法は、ヨウ化物イオンを混合した水分測定用陽極試液を用い、電解によりヨウ素を発生させる。ヨウ素が定量的に水と反応することに基づきから、電解に要した電気量より、に基づき水分を測定する方法である。

以下、本試験を用いる場合において、例えば、「4.0%以下（0.5 g、容量滴定法、逆滴定）」とあるのは、試料約 0.5 g を精密に量り、容量滴定法の逆滴定により試験するとき、その水分が試料の採取量の 4.0% 以下であることを示す。

1. 容量滴定法

装 置

通例、自動ビュレット、逆滴定フラスコ、かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる。

水分測定用試液は、吸湿性が非常に強いので、装置は、外部からの吸湿を防ぐように工夫する。防湿にはシリカゲル又は水分測定用塩化カルシウム等を使用する。

操 作 法

水分測定用試液による滴定は、湿気を避けて行い、原則として、これを標定したときの温度と同一の温度で行う。

被滴定液中に1対2本の白金電極又は双白金電極を浸し、可変抵抗器を適当に調節調整して電極間に微小電圧を加え、水分測定用試液を滴加するとき変化する電流（マイクロアンペア）を測定する（定電圧分極電流滴定法）。滴定の進むにつれて回路中の電流が大きく変化し、数秒で再び元の位置に戻る。滴定の終点に達すると、この電流の変化が一定時間（通例、30 秒間又はそれ以上）の間持続する。この状態になったときを滴定の終点とする。

また又は、電極間に微小電流を流しておき、水分測定用試液を滴加するとき変化する電位差（ミリボルト）を測定する（定電流分極電位差滴定法）。滴定の途中で回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し、消極状態となり、数秒で再び元の状態に戻る。滴定の終点に達すると、消極状態が一定時間持続する（通例、10～30 秒間又はそれ以上）持続する。この状態になったときを滴定の終点とする。

ただし、逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に残存する間は、電流計の針が振り切れ、終点に達すると急に元の位置に戻る。定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は、電圧計ミリボルトメータの値が元の位置にあり、終点に達すると一定の電圧がかかる。

水分測定用試液による滴定は、別に規定するもののほか、次のいずれの方法によってもよい。終点は、通例、逆滴定を行う場合の方が明りょう明瞭に判別できる。

(1) 直接滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール 適量 25mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで加えて フラスコ内を無水の状態にしておく。次に、別に規定するもののほか、水分 5～30 ~~10~~ ～50mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、水分 5～30mg を含むような量の試料その質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5～30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。

~~なお、試料が溶剤に溶けないとき、~~ 又は 試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、乾燥空気又は窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

なお、滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが、滴定に長時間を要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作による空試験を行い、補正する。

$$\text{水分 (H}_2\text{O) } \underline{(\%)} = \frac{\text{水分測定用試液の滴定量 (mL)} \times f}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ } \underline{(\%)} \text{ } \text{---}$$

(2) 逆滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール 適量 20mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を 加える終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に、水分 10～50 5～30mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて 30 分間かき混ぜて 溶かした後、激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、水分 5～30mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて 5～30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定する。

$$\text{水分 (H}_2\text{O) } \underline{(\%)} = \frac{(\text{水分測定用試液の量 (mL)} \times f) - (\text{水・メタノール標準液の滴定量 (mL)} \times f')}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ } \underline{(\%)} \text{ } \text{---}$$

ただし、f：水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H₂O) の mg 数

f'：水・メタノール標準液 1 mL 中の水 (H₂O) の mg 数

2. 電量滴定法

装 置

通例、ヨウ素発生用電解槽を備えた 滴定フラスコ、かき混ぜ機、~~滴定フラスコ~~及び定電流分極電位差滴定装置からなる。

ヨウ素発生用電解槽は、隔壁で隔てられた陽極及び陰極で構成され、陽極は水分測定用陽極液（発生液）中に、陰極は水分測定用陰極液（対極液）中に浸される。通例、両極とも白金網が用いられる。

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は吸湿性が非常に強いので、装置は外部からの吸湿を防ぐようにする。防湿には、シリカゲル、水分測定用塩化カルシウム等を用いる。

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製法

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は、一組の試薬として、次のいずれかの方法により調製する。なお、同等以上の精度がある場合には、他の調製方法による水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液を使用することができる。

(1) 調製法 1

水分測定用陽極液 水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用メタノール 900 ml に溶かし、氷冷し、液温を 30℃以下に保ちながら、乾燥した二酸化硫黄を通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 12 g を加えて溶かし、かき混ぜながら、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し、水分測定用メタノールを加えて 1,000 ml とする。

水分測定用陰極液 ~~塩酸ジエタノールアミン~~ 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩 24 g を水分測定用メタノール 100 ml に溶かす。

(2) 調製法 2

水分測定用陽極液 1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン 40 g 及びジエタノールアミン 30 g を水分測定用メタノール約 200 ml に溶かし、乾燥した二酸化硫黄を増量が 25 g になるまで通じる。炭酸プロピレン 50 ml を加え、ヨウ素 6 g を溶かした後、水分測定用メタノールを加えて 500 ml とし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 水分測定用塩化コリン 30 g を水分測定用メタノールに溶かし 100 ml とする。

(3) 調製法 3

水分測定用陽極液 ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液 (3 : 1) 900 ml に溶かし、冷却しながら、乾燥した二酸化硫黄を通じ、増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 20 g を加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化リチウム 25 g を水分測定用メタノール/ニトロメタン混液 (4 : 1) 1,000 ml に溶かす。

操作法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後、この液中に定電流分極電位差滴定装置の一对の白金電極又は双白金電極を浸す。別に、水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生装置用電解槽を水分測定用陽極液中に浸す。あらかじめ電解電流を流して、滴定フラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 0.2~5.4~5mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら終点まで滴定する。試料が陽極液に溶けないときは、手早く粉末とし、水分 0.2~5mg を含むような量の試料その質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5~30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないとき、又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素又は乾燥空気をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量 (C) (電流 (A) × 時間 (秒)) を測定し、次の式により試料中の水分 (%) を求める。

~~なお、試料がカルフィッシュヤ反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。~~なお、滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが、滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い、補正する。

ヨウ素の発生に要した電気量 (C)

$$\text{水分 (H}_2\text{O) (\%)} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量 (C)}}{10.72 \times \text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

21. 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は~~赤外吸収スペクトルが物質の化学構造によって一定である性質を利用し、波数 4,000~600cm⁻¹の赤外線~~をが試料に照射して得られる吸収スペクトルにより物質の確認を行う方法である。~~を通過するとき~~に吸収される量を各波数について測定することにより、試料を確認又は定量する方法である。赤外吸収スペクトルは通例、横軸に波数 (cm⁻¹) を、縦軸に透過率 (%) 又は吸光度をとったグラフで示される。

~~別に規定するもののほか、試料による吸収スペクトルを確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比較し、同一波数のところに同様の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと異なるときは、試料と標準品を成分規格・保存基準各条において規定する同一の条件で処理した後、再測定する。~~

~~二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なるものであり、それらの分解能には差がある。装置の分解能の差に基づく波数の変動は 4,000~2,000cm⁻¹の波数領域で最大となる。ただし、フーリエ変換形赤外分光光度計の分解能は波数によらず一定であるため、その波数精度は全波数領域において不変である。~~

なお、成分規格・保存基準各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、波数 4,000~600cm⁻¹における参照スペクトルが、試薬・試液等の項の 11. 参照赤外吸収スペクトルに掲載されている。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。

装置及び操作調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの 2,870cm⁻¹付近の極小と 2,850cm⁻¹付近の極大における透過率 (%) の差は 18%以上である。また、1,589cm⁻¹付近の極小と 1,583cm⁻¹付近の極大の透過率 (%) の差は 12%以上である。波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm⁻¹) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、() 内の数値はこれらの値の許容範囲を表す。

3060.0 (±1.5)	2849.5 (±1.5)	1942.9 (±1.5)	1601.2 (±1.0)
1583.0 (±1.0)	1154.5 (±1.0)	1028.3 (±1.0)	

ただし、分散形装置を用いる場合の許容範囲は、 $1,601.2\text{cm}^{-1}$ における吸収波数が $1,601.2 \pm 2.0\text{cm}^{-1}$ 、 $1,028.3\text{cm}^{-1}$ における吸収波数が $1,028.3 \pm 2.0\text{cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3,000 \sim 1,000\text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき、透過率の差は0.5%以内とし、波数の差は $3,000\text{cm}^{-1}$ 付近で 5cm^{-1} 以内、 $1,000\text{cm}^{-1}$ 付近で 1cm^{-1} 以内とする。

測定用試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。測定用試料は最も強い主な吸収帯（ペースト法における流動パラフィン由来の吸収帯を除く）の透過率が5～1080%の範囲になるように、次のいずれかの方法によって調製する。窓板は塩化ナトリウム、臭化カリウム又は塩化ナトリウム等などを使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

成分規格・保存基準各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4,000 \sim 600\text{cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

- (1) 臭化カリウム錠剤法 固体試料1～2mgをめのう製乳鉢で粉末とし、これに、別に規定するもののほか、希釈剤として赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム0.10～0.20gを加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れ、て加圧製錠する。ただし、必要ならば、0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm^2) 当たり50～100kN ($5,000 \sim 10,000\text{kg}$)の圧力を5～8分間加えて透明な錠剤を調製する。通例、希釈剤のみを用いて同様にして調製した対照臭化カリウム錠剤を対照として測定調整する。
- (2) 溶液法 成分規格・保存基準各条に規定する方法で調製した検液を液体用固定セルに注入し、通例、検液の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、0.1mm又は0.5mmとする。
- (3) ペースト法 固体試料5～10mgをめのう製乳鉢で粉末とし、別に規定するもののほか、少量の流動パラフィン、通例、1～2滴を加えてよく練り合わせ、試料ペーストを調製する。調製した試料ペーストを1枚の窓板の中心部に薄く広げた後、空気が入らないように注意しながら、別の窓板で挟んでみ、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (4) 液膜法 液体試料1～2滴を2枚の窓板の間に挟み、窓板の間にできた液層を測定する。液層を厚くする必要がある場合は、アルミニウム箔等などを2枚の窓板の間に挟み、その中に液体試料がたまるようにする。通例、窓板のみを対照として測定する。
- (5) 薄膜法 試料を薄膜のまま、又は成分規格・保存基準各条に規定する方法によって薄膜を調製した後、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (6) 気体試料測定法 排気した5～10cmの長さの光路をもつ気体セルに、試料を別に規定する圧で導入し、入れて通例、気体セルを減圧(真空)にしたものを対照として測定する。必要に応じて1m以上の光路をもつ長光路セルを用いることもある。

確認方法

試料の吸収スペクトルを確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比

較し、同一波数のところに同様の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと異なるときは、試料又は試料及び標準品を成分規格・保存基準各条において規定する同一の条件で処理した後、再測定する。

二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なったものであり、それらの分解能には差がある。装置の分解能の差に基づく波数の変動は4000～2000cm⁻¹の波数領域で最大となる。ただし、フーリエ変換形赤外分光光度計の分解能は波数によらず一定であるため、その波数精度は全波数領域において不変である。

~~22. 濁度試験法~~ 42. 溶状試験法 → 名称変更のため 42. に移動

☆22. 旋光度測定法

旋光度測定法は、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

物質又はその溶液には、光の偏光面を右又は左に回転させる性質を持つものがある。この性質を光学活性又は旋光性といい、旋光性の度合いは物質の化学構造に関係がある。

旋光度は、光学的活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度であり、旋光計によって測定する。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあ合って、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ記号+又は-を付け、角度を表す数字の右肩に°を付ける。

旋光度 $[\alpha]_x^t$ とは、特定の単色光 x (波長又は名称で記載する。) を用い、温度 t°C で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、通例単に旋光度と記載した場合は、別に規定するもののほか、温度は20°C又は25°C、層長は100mm、光線はナトリウムスペクトル中のD線で行う測定した旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ を示す。 なお、層長 (測定した溶液層の長さ) は、光路長あるいはセル長という場合もある。

比旋光度 $[\alpha]_x^t$ は、次の式で表す。

$$[\alpha]_x^t = \frac{\alpha}{lc} \times 100$$

ただし、t: 測定時の温度

x: 用いたスペクトルの特定の単光色の波長又は名称 (D線を用いた場合は、Dと記載する。)

α: 偏光面を回転した角度

l: ~~測定した液の層、すなわち、測定に用いた測定管の長さ~~ 層長 (mm)

c: 測定した液 1 ml 中に存在する試料の g 数

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^\circ$ (1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10ml, 乾燥物換算)」とあるのは、本品約 1 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして正確に 10ml とし、この液について き, 20°C, 層長 100mm で測定し、乾燥物換算を行うとき、比旋光度が +20.5 ~ +21.5° であることを示す。

23. タール色素試験法

タール色素試験法は、タール色素の純度試験及び定量に用いる。

1. 水不溶物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.20%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、水不溶物が、0.20%以下であることを示す。

操作法

あらかじめつば形ガラスろ過器（1 G 4）を 135℃で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

試料 2.0 g を正確に量り、熱湯 200 mL を加えてよく振り混ぜた後、放冷し、不溶物を先のガラスろ過器でろ過し、洗液が無色となるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 135℃で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

2. 塩化物及び硫酸塩

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「総量として 5.0%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムが、総量として 5.0%以下であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、試料約 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 50 mL とし検液とする。別に塩化物イオン標準原液及び硫酸イオンの標準原液それぞれ 0.2 mL、0.5 mL、1 mL、10 mL、5 mL 及び 50 mL、10 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液及び標準原液をそれぞれ 20 µL ずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まず次にそれぞれの標準液及び標準原液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線を作成する。次に更に検液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線からそれぞれのイオンの量を求め、得られたイオン量に塩化物イオンは 1.65、硫酸イオンは 1.48 を乗じ、検液中の塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。なお、検液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク高さが検量線の範囲を超える場合は、適宜希釈し、換算して試料中の含量を算出する。

操作条件

検出器 電気伝導度計

カラム充填剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径 4.6~6.0 mm、長さ 5~10 cm のステンレス管又はプラスチック管

ガードカラム カラムと同一の内径で同一の充填剤を充填したもの。

移動相 ~~2.5 mmol/L フタル酸と 2.4 mmol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水~~
溶

液フタル酸 0.42 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.29 g を水 1000 mL に溶かす (pH 4.0)

カラム温度 40℃

流量 1.5 mL/分

3. ヨウ化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.40%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヨウ化ナトリウムが、0.40%以下であることを示す。

操作法

試料約 ~~0.03 g~~ 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 4 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 10 mL とし、検液とする。別にヨウ化物イオンの標準原液 0.5 mL、1 mL、10 mL、2 mL 及び 50 mL、4 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、~~及び標準液及び標準原液~~をそれぞれ 100 µL、一定量 ずつ量り、塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。~~まず、次に~~標準液 ~~及び標準原液のそれぞれの~~ヨウ化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線を作成する。~~次に更に~~検液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.18 を乗じ、検液中のヨウ化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

4. 臭化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「1.0%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、臭化ナトリウムが、1.0%以下であることを示す。

操作法

試料約 ~~0.05 g~~ 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 4 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 10 mL とし、検液とする。別に臭化物イオンの標準原液 0.5 mL、1 mL、10 mL、2 mL 及び 50 mL、4 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、~~及び標準液及び標準原液~~をそれぞれ 20 µL、一定量 ずつ量り、塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。次に標準液 ~~及び標準原液の~~臭化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線を作成する。更に検液の臭化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.29 を乗じ、検液中の臭化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

5. ~~重金属~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 20 µg/g 以下（タール色素試験法、重金属(5)）」とあるのは、次の(5)の方法によるとき、重金属が、Pb として 20 µg/g 以下であることを~~

~~示す。~~

~~操作法~~

~~別に規定するもののほか、試料 2.5 g を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、更に硫酸 1 mL を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、電気炉に入れ、450～550°C で灰化するまで強熱した後、放冷する。これに塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4) 5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせてA液とし、これに水を加えて 50 mL とし、試料液とする。なお、クロム及びマンガンの試験を行う場合は、以下のとおりとする。~~

~~先のろ紙上の残留物をろ紙とともに 105°C で乾燥後、白金製のろつぼに入れ、約 450°C で加熱灰化する。これに無水炭酸ナトリウム 2 g を加え、加熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加~~

~~して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて50mlとし、試料液とする。~~

~~また、空試験液を試料液の場合と同様に操作して調製する。~~

~~(1) 亜鉛 試料液 2.5ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 2.5ml を量り、亜鉛標準液 2.5ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 213.9nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(2) クロム 別に規定するもののほか、試料液 5.0ml を量り、塩酸(1→4) 5ml 及び水を加えて 25ml とし、検液とする。別に空試験液 10.0ml を量り、クロム標準液 10.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ クロム中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 357.9nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(3) 鉄 試料液 2.0ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 2.0ml を量り、鉄標準液 5.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ 鉄中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 248.3nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(4) マンガン 別に規定するもののほか、試料液 4.0ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 4.0ml を量り、マンガン標準液 1.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ マンガン中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 279.5nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(5) その他の重金属 試料液 20ml を量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加~~

~~え、液が紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸(1→4) 2mL を加え、必要があればろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて50mLとし、検液とする。別に空試験液20mLを量り、ネスラー管に入れ、鉛標準液2.0mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え、検液の場合と同様に操作して、比較液とする。次に、両液に硫化ナトリウム試液を2滴ずつ加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。~~

5. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして2 μ g/g以下(タール色素試験法、第1法)」とあるのは、第1法により操作し、試験を行うとき、Pbとして2 μ g/g以下であることを示す。

操作法

(1) 検液、比較液及び空試験液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 試料1.0gを量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°Cから500°Cの範囲で徐々に温度を上げ、内容物を、必要があればガラス棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して500~600°Cで強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500~550°Cで灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。冷後、残留物に塩酸(1→4)10mLを加え、必要があればふたをし、加熱して溶かし、蒸発乾固した後、硝酸(1→100)を加えて溶かし、10mLとし、必要があればろ過し、検液とする。別に、鉛標準液2mLを正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。

第2法 試料1.0gを量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させる。燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。冷後、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、第1法と同様に操作する。炭化物が残るときは、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10)5mLを加えて混和し、同様の操作を繰り返す。なお、500~550°Cで灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。残留物に塩酸(1→4)30mLを加え、溶けるまで加熱し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10mLを加える。指示薬としてチモールブルー試液1mLを加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加え約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液2mLを正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。

(2) 試験

検液、比較液及び空試験液につき、原子吸光光度法(フレイム方式)により次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液と空試験液の吸光度の差は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

6. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Znとして200 μ g/g以下(タール色素試験法、亜鉛及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、亜鉛が、Znとして200 μ g/g以下であることを示す。

操作法

試料 1.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して450～550℃で強熱して灰化する。なお、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸3 mLを加えてかき混ぜ、更に水7 mLを加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて50 mLとし、試料液とする。

(1) 亜鉛 試料液2.5 mLを量り、塩酸(1→4)4 mL及び水を加えて20 mLとし、検液とする。別に、亜鉛標準液1.0 mL、塩酸(1→4)4 mL及び水を加えて20 mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(フレイム方式)により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) 鉄 試料液5 mLを量り、塩酸(1→4)10 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、鉄標準液5.0 mL、塩酸(1→4)10 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(フレイム方式)により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

7. マンガン及びクロム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mnとして50 μ g/g以下(タール色素試験法、マンガン及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、マンガンが、Mnとして50 μ g/g以下で

あることを示す。

操作法

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ A 液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙とともに白金製のろつぼに入れ、105℃で乾燥後、150℃から 500℃まで徐々に温度を上げ、試料がほとんど炭化するまで加熱した後、電気炉に入れ、450～550℃で強熱して灰化する。これに炭酸ナトリウム 0.8 g を加え、800℃以上で強熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるろつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A 液に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。

(1) マンガン 試料液 10 mL を量り、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、マンガン標準液 1.0 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ マンガン中空陰極ランプ

分析線波長 279.5 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) クロム 別に規定するもののほか、試料液 10 mL を量り、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、クロム標準液 4.0 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ クロム中空陰極ランプ

分析線波長 クロム 357.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

6.8. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $\text{As}_2\text{O}_3\text{As}$ として $4.0\text{--}3\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、 $\text{As}_2\text{O}_3\text{As}$ として $4.0\text{--}3\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 0.50 g を正確に量り、~~石英製又は磁製のろつぼ~~又は耐熱性ガラスビーカーに入れ、これに硝

酸マグネシウムの硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) 20mL を加え、エタノールに点火して燃焼させ、燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。その後、150℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉に入れ 450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 mL を加え、必要があれば水約 10 mL を加え、ふたをし、水浴上で加温加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 25 mL とし、検液とする。別に、ヒ素標準液 2.0 mL 3.0 mL、塩酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、それぞれの液 4 mL に塩酸 3 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、L (+) -アスコルビン酸溶液 (1→10) 2 mL 及び水を加えて 20 mL とし、ヒ素試験法の装置 C を用いて、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液、空試験液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及び L (+) -アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

7. ~~他の色素~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素試験法、他の色素(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。~~

~~操作法~~

- ~~(1) 試料 0.10 g を正確に量り、水に溶かして 100 mL とし、検液とする。検液 2 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/1%アンモニア溶液/無水エタノール混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用い、展開溶媒が約 15 cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。~~
- ~~(2) 25%エタノール/5%アンモニア溶液混液 (1 : 1) を展開溶媒として(1)と同様に行う。~~
- ~~(3) 試料 0.30 g を量り、水に溶かして 100 mL とし、この液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とし、検液とし、アセトン/酢酸イソアミル/イソアミルアルコール/水/プロピオン酸混液 (20 : 13 : 5 : 5 : 2) を展開溶媒として(1)と同様に行う。ただし、展開溶媒が約 30 cm 上昇したとき展開をやめる。~~
- ~~(4) 試料 0.10 g を量り、水に溶かして 200 mL とし、検液とし、(1)と同様に行う。~~

8.9. ~~副成色素~~

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素試験法、副成色素(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。

- (1) 別に規定する量の試料約 0.1 g を精密に量り、別に規定する溶液に溶かして酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 100 mL とし、検液とする。別に規定された副成色素を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ 0.0100 g 約 10 mg を精密に量り、別に規定した溶液酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) にそれぞれ溶かして正確に 100 mL とし、標準原液とする。これらの標準原液 0.5 mL、1 mL、2 mL、及び 5 mL 及び 10 mL を正確に量り、標準原液の調製に用いた溶液酢酸ア

ンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100~~mL~~とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20 μ L~~一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液のそれぞれの色素のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の副成色素のピーク面積を測定し、検量線からそれぞれの色素量を求め、その合計値を求める。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C/40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

流量 1 ~~mL~~ mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液 (7:3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

(2) 別に規定するもののほか、試料 0.1g を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 20mL とし、検液とする。検液の一定量を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の 1000 分の 1 を A とする。検液中の、別に規定する面積測定範囲内に現れる A より大きいピーク面積の総和を A_T とし、主色素ピーク以外のピークを副成色素としてそのピーク面積の和を A_S とし、次式により副成色素の量を求める。

$$\text{副成色素の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

操作条件

検出器 可視吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液 (7:3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

面積測定範囲 成分規格・保存基準各条に規定

9.10. 未反応原料及び反応中間体

別に規定する量の試料約 0.1g を精密に量り、別に規定する溶液に溶かして正確に 100~~mL~~とし、検液とする。別に規定された未反応原料及び反応中間体を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ ~~0.0100g~~約 10mg を精密に量り、別に規定した溶液に溶かしてするもののほか、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、それぞれ酢酸アンモニウム

試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とし、標準原液とする。これらの標準原液 0.5mL, 1 mL, 2 mL, ~~及び 5 mL 及び 10mL~~ を正確に量り、標準原液の調製に用いた溶液酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20μL~~ 一定量 ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

ただし、検量線の直線性が得られるように注入量を調節する。最低濃度の標準液で得られたピーク面積を A とし、検液中の A より大きい未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

カラム充てん ~~剤~~ 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C40°C付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L),

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

1011. 非スルホン化芳香族第一級アミン

- (1) 本試験法を用いる場合において、例えば、「アニリンとして 0.01%以下 (タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、非スルホン化芳香族第一級アミンが、アニリンとして 0.01%以下であることを示す。

操作法

試料 2.0 g を量り、水 100mL の入った分液漏斗に入れ、更に水 50mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 ~~(4→100)~~ (1→25) 5 mL 及び酢酸エチル 50mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル 50mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 ~~(4→1,000)~~ (1→250) で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液を、塩酸 (3→10) 10mL で 3 回抽出し、塩酸抽出液を合わせ、水を加えて正確に 100mL とし、試料液とする。試料液 10 mL を正確に試験管に とり量り、10 分間水中で冷やし、臭化カリウム溶液 (1→2) 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1→30) ~~0.05mL~~ 50μL を加えて混和し、10 分間水中で放置する。この混和液を、あらかじめ ~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び ~~無水~~ 炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10mL を入れた ~~メスフラスコ~~ ネスラー管 に、水で洗い移して正確に 25mL とし、15 分間暗所で放置し、検液とする。別に、アニリン ~~0.010g~~ 0.10g を量り、塩酸 (3→10) 30mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この溶液 2 mL を正確に量り、塩酸 (3→10) 30mL を加えて、更に水を加えて正確に 100mL とし、する。更にこの溶液 10mL を正確に量り、塩酸 (3→10) 30mL を加えて、更に水を加えて正確に 100mL とする。 この液を試料液と同様に操作して比較液とする。検液測定の場合は、試料液 10mL を ~~メスフラスコ~~ ネスラー管 に正確に とり量り、~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナト

リウム溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を入れ、水を加えて正確に 25 mL とし、対照液とする。比較液測定の場合は、塩酸 (3→10) 3 mL に、~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を入れ、水を加えて正確に 25 mL とし、対照液とする。それぞれの液につき、510nm で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

(2) 本試験法を用いる場合において、例えば、「~~α=1-~~ナフチルアミンとして 1.0μg/g 以下 (タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、~~α=1-~~ナフチルアミンが 1.0μg/g 以下であることを示す。

操作法

~~試料約 1 g を精密に量り、水 50 mL の入った分液漏斗に入れ、更に水 50 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (4→100) 5 mL 及び酢酸エチル 50 mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル 50 mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸 (0.15→1,000) 0.5 mL を加え、45°C で減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム溶液 (0.3→100) とメタノールの等量混合液 1.0 mL を加え、検液とする。別に α-ナフチルアミン 0.010 g を量り、塩酸 (3→10) 3 mL に溶かし、更に水を加えて正確に 10 mL とし、標準原液とする。この標準原液 1 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) を加え、正確に 100 mL とする。この溶液 1 mL、2 mL、5 mL 及び 10 mL を正確に量り、これに操作条件に示す移動相を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。~~試料約 2.5 g を精密に量り、ビーカーに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 滴及びメタノール 1 mL を入れた 50 mL のメスフラスコに移す。ビーカーを水 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水で 50 mL とし、試料液とする。20 mL のクロマトグラフィー用ケイソウ土を充填した吸着管に、試料液 20 mL を正確に量って注ぎ、流出させる。1 時間放置後、この吸着管にヘキサン 100 mL を注ぎ、流出液を 200 mL のナス型フラスコに採取する。流出液に硫酸 (3→20000) 0.5 mL を加え、約 1 mL となるまで約 40°C の水浴中で減圧下に濃縮後、フラスコに残留するヘキサンを留去させる。残留物に酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) を加えて溶かし、正確に 2 mL とし、検液とする。別に、1-ナフチルアミン約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) を加え、正確に 50 mL とする。この液を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) で正確に希釈して 1 mL 中に 1-ナフチルアミン 0.05~1 μg を含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 100 μL 一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の ~~α=1-~~ナフチルアミンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の ~~α=1-~~ナフチルアミンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を ~~α=1-~~ナフチルアミンとして求める。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 304nm)

カラム充てん ~~てん~~ 充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 15~25cm のステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 ~~メタノール500mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液(1.54⇒1,000)を加え、1,000mlとしたもの。~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) /アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 1 ~~ml~~μL/分

- (3) 本試験法を用いる場合において、例えば、「~~p=クレシジン~~2-メトキシ-5-メチルアニリンとして10μg/g以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、~~p=クレシジン~~2-メトキシ-5-メチルアニリンが10μg/g以下であることを示す。

操作法

~~試料約1gを精密に量り、水50mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(4⇒100)5ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液(4⇒1,000)で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸(0.15⇒1,000)0.5mlを加え、45°Cで減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム(0.3⇒100)とメタノールの等量混合液1.0mlを加え、検液とする。別にp=クレシジン0.100gを量り、塩酸(3⇒10)30mlに溶かし、更に水を加えて正確に100mlとし、標準原液とする。この標準原液10mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(1.54⇒1,000)を加え、正確に100mlとする。この溶液1ml、2ml、5ml及び10mlを正確に量り、これに操作条件に示す移動相を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。試料約2.5gを精密に量り、ビーカーに入れ、水25mlを加えて溶かし、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液(1⇒25)5滴及びメタノール1mlを入れた50mlのメスフラスコに移す。ビーカーを水10mlずつで2回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水で50mlとし、試料液とする。20mlのクロマトグラフィー用ケイソウ土を充填した吸着管に、試料液20mlを正確に量って注ぎ、流出させる。1時間放置後、この吸着管にヘキサン100mlを注ぎ、流出液を200mlのナス型フラスコに採取する。流出液に硫酸(3⇒20000)0.5mlを加え、約1mlとなるまで約40°Cの水浴中で減圧下に濃縮後、フラスコに残留するヘキサンを留去させる。残留物に酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) /アセトニトリル混液(3 : 2)を加えて溶かして正確に2mlとし、検液とする。別に、2-メトキシ-5-メチルアニリン約10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。標準原液を酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) /アセトニトリル混液(3 : 2)で正確に希釈して1ml中に2-メトキシ-5-メチルアニリン0.5~10μgを含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ100μl一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の~~p=クレシジン~~2-メトキシ-5-メチルアニリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の~~p=クレシジン~~2-メトキシ-5-メチルアニリンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を~~p=クレシジン~~2-メトキシ-5-メチルアニリンとして求める。~~

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 290nm)

カラム充てん 充填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ15~25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 ~~メタノール400mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液(1.54⇒1,000)を加え、1,000mlとしたもの。~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) /アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 1 mL/分

12. 色素前駆体 (ロイコ体)

10. 未反応原料及び反応中間体の検液を用いて、試験を行う。別に規定する色素前駆体標準原液を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に希釈して 1 mL 中に色素前駆体 50 μ g を含むように調製して比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の色素前駆体のピーク面積は比較液の色素前駆体面積以下である。ただし、色素前駆体ピークが複数の場合はその合計面積を用いる。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

11.13. 定量法

(1) ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法

(i) 別に規定する量の検液を正確に量り、500~~mL~~mL の広口三角フラスコに入れ、~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 15 g 及び水を加え、~~必要があれば超音波処理で溶かし、~~必要があれば超音波処理で溶かし、
~~水で約 200 mL とし、~~水で約 200 mL とし、 この液中に二酸化炭素 ~~又は窒素~~又は窒素 を通じながら、かつ同時に激しく ~~煮沸しながら~~煮沸しながら 沸騰させながら 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液で滴定する。終点は、試料の固有の色が消え ~~た~~る ときとする。

(ii) ~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 の代わりに ~~酒石酸水素ナトリウム (+)~~酒石酸水素ナトリウム (+) ~~一酒石酸水素ナトリウム一水和物~~一酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (i) と同様に行う。

(iii) ~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 の代わりに ~~酒石酸水素ナトリウム (+)~~酒石酸水素ナトリウム (+) ~~一酒石酸水素ナトリウム一水和物~~一酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (i) と同様に行う。ただし、指示薬として ~~ライトグリーン SF~~ライトグリーン SF ~~イエロー~~イエロー (1 \rightarrow 1,000) 10~~mL~~mL を用い、別に空試験を行い補正する。

(iv) ~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 の代わりに ~~酒石酸ナトリウム (+)~~酒石酸ナトリウム (+) ~~一酒石酸ナトリウム二水和物~~一酒石酸ナトリウム二水和物 20 g を用いて (i) と同様に行う。終点は、試料の固有の色が消え、だいたい色を呈したときとする。

(2) 質量法 あらかじめめつば ~~形~~形 ガラスろ過器 (4G 4) を 135 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥し、デシケータ中で放冷した後、質量を精密に量る。別に規定する量の検液を正確に量り、500~~mL~~mL のビーカーに入れ、~~煮沸した~~煮沸した ~~沸騰させた~~沸騰させた 後、塩酸 (1 \rightarrow 50) 25~~mL~~mL を加え、再び煮沸する。次にビーカーの内壁を水約 5 ~~mL~~mL で洗い、時計皿で覆い、水浴中で約 5 時間加熱した後、放冷する。沈殿は先のガラスろ過器でろ過し、容器及び沈殿を塩酸 (1 \rightarrow 200) 10~~mL~~mL ずつで 3 回洗い、更に水約 10~~mL~~mL ずつで 2 回洗う。この沈殿をガラスろ過器とともに 135 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、デシケータ中で放冷した後、質量を精密に量る。

24. タール色素製剤試験法

タール色素製剤試験法は、タール色素の製剤の確認試験及び純度試験に用いる。

1. 他の色素

検液 2 μ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 15cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

2. 他の色素レーキ

(1) 別に規定する量の試料を量り、酢酸 (1→3) 60mL を加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて 100mL とし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液 2 μ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 15cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

(2) 酢酸 (1→3) の代わりにアンモニア水 (1→25) を用い、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒として (1) と同様に行う。

(3) 酢酸 (1→3) の代わりに酢酸 (1→20) を用い、(1) と同様に行う。

3. 重金属

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 20 μ g/g 以下 (タール色素製剤試験法、重金属)」とあるのは、次の方法によるとき、重金属が、Pb として 20 μ g/g 以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

(i) アルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤の場合

試料 2.5 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°C から 500°C の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450~550°C で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸 (1→4) 5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて 50 mL とし、試料液とする。試料液 20 mL を量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸 (1→4) 2 mL を加え、必要があればろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、これを A 液とする。A 液 20 mL を量り、ネスラー管に入れる。鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL を正確に量り、先のネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、検液の調

製と同様に操作して、比較液とする。

(ii) タール色素アルミニウムレーキを含むタール色素の製剤の場合

試料 2.5 g を量り、(i)と同様に灰化する。冷後、残留物に塩酸 5 mL 及び硝酸 1 mL を加えて塊を十分に砕き、加熱して蒸発乾固し、必要があれば、電気炉に入れ、450～550℃で1時間強熱する。更に、塩酸 5 mL を加えて塊を十分に砕き、再度加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)10mL を加え、加熱して溶かし、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)約 30mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、加熱して蒸発乾固する。次にこの残留物に塩酸(1→4)10mL を加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。更に容器及びろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、試料液とする。試料液 20mL を量り、ネスラー管に入れ、酢酸アンモニウム溶液(2→15)を加えて pH を約 4 とした後、水を加えて 50mL とし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の場合と同様に操作し、これを A 液とする。A 液 20mL を量り、ネスラー管に入れる。鉛標準液(重金属試験用) 2.0mL を量り、A 液を入れたネスラー管に入れ、検液の調製と同様に操作して、比較液とする。

(2) 試験

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液を 2 滴ずつ加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

4. マンガン及びクロム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mn として 50µg/g 以下(タール色素製剤試験法、マンガン及びクロム(1))」とあるのは、次の方法(1)によるとき、Mn として 50µg/g 以下であることを示す。

(1) マンガン

試料 2.5 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。なお、灰化後、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ A 液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙とともに白金製のろつぼに入れ、105℃で乾燥後、約 450℃で加熱灰化する。これに炭酸ナトリウム 2 g を加え、800℃以上で強熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるろつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A 液に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。また、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、B 液とする。色素の含有量が 50% を超える場合は、試料液 4.0 mL を量り、塩酸(1→4)10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、B 液 4.0 mL、マンガン標準液 1.0 mL、塩酸(1→4)10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。色素の含有量が 50% 以下の場合は、試料液及び B 液をそれぞれ 8.0 mL ずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ マンガン中空陰極ランプ

分析線波長 279.5 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) クロム

色素の含有量が 50%を超える場合は、(1)の試料液 10mL を量り、塩酸(1→4)10mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。別に、(1)の B 液 10mL、クロム標準液 10mL、塩酸(1→4) 10mL 及び水を加えて 50mL とし、比較液とする。色素の含有量が 50%以下の場合、(1)の試料液及び(1)の B 液をそれぞれ 20mL ずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液、比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ クロム中空陰極ランプ

分析線波長 クロム 357.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

2425. タール色素レーキ試験法

タール色素レーキ試験法は、タール色素レーキの純度試験及び定量に用いる。

1. 塩酸及びアンモニア不溶物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.5%以下(タール色素レーキ試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、塩酸及びアンモニア不溶物が、0.5%以下であることを示す。

操 作 法

あらかじめろつば形型ガラスろ過器(464G 4)を 135℃で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

試料約 2 g を精密に量り、水 20mL を加えて混和した後、塩酸 20mL を加えてよくかき混ぜ、更に熱湯 300mL を加えてよく振り混ぜる。次に容器を時計皿で覆い、水浴上で 30 分間加熱した後、放冷し、遠心分離し、上澄液を先のろつば形型ガラスろ過器でろ過する。必要があれば、数回に分けて遠心分離し、順次上澄液をろ過してもよい。容器内の不溶物は少量の水で遠心管に移し、更に水を加えて約 50mL とし、遠心分離し、上澄液をろ過器でろ過した後、容器内の不溶物を少量の水を用いてろ過器に移す。更に容器・ガラスろ過器上の不溶物を水 5 mL ずつで 2 回洗い、その後ガラスろ過器上の不溶物を 1%アンモニア水(1→25)溶液で洗液がほとんど無色となるまで洗った後、塩酸(1→35) 10mL で洗う。ただし、残渣が多く、水で洗う時にろ過に時間を要する場合は、アンモニア水(1→25)でガラスろ過器の内容物を溶解させながら、ろ過しても良い。次に洗液が硝酸銀溶液(1→50)で変化しなくなるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 135℃で 3 時間乾燥し、デシケーター中に放冷した後、質量を精密に量る。

2. ヨウ化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.20%以下(タール色素レーキ試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、ヨウ化ナトリウムが、0.20%以下であることを示す。

操 作 法

試料約 ~~0.06~~0.1 g を精密に量り、水 ~~40~~25 mL を正確に量って加え、約 30 分間時々振り混ぜた後、乾燥ろ紙でろ過し、このろ液 5 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 50 mL とし、検液とする。別にヨウ化物イオン標準原 ~~0.5 mL, 1 mL, 10 mL 及び 50 mL~~0.5 mL, 1 mL, 2 mL 及び 4 mL を正確に量り、それぞれ水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液及び標準原液をそれぞれ ~~100 µl~~一定量ずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まずそれぞれの次に標準液及び標準原液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積又はピーク 面積高さを測定し、検量線を作成する。次に更に検液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積又はピーク 面積高さを測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.18 を乗じ、検液中のヨウ化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

操作条件

検出器 電気伝導度計

カラム充 ~~てん~~ん 填剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径 4.6~6.0 mm, 長さ 5~10 cm のステンレス管又はプラスチック管

ガードカラム カラムと同一の内径で同一の充 ~~てん~~ん 填剤を充 ~~てん~~ん 填したもの。

移動相 ~~2.5 mmol/L フタル酸と 2.4 mmol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水溶液~~フタル酸 0.42 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.29 g を水 1000 mL に溶かす (pH 4.0)。

カラム温度 40℃

流量 1.5 mL/分

~~3. 重金属~~

3. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 5 µg/g 以下（タール色素レーキ試験法、鉛）」とあるのは、次の方法によるとき、鉛が、Pb として 5 µg/g 以下であることを示す。

操作法

(1) 検液、比較液及び空試験液の調製

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、内容物を、必要があればガラス棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 500~600℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500~550℃で灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。冷後、残留物に塩酸（1→4）30 mL を加え、必要があればふたをし、加熱して溶かし、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10 mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加え約 100 mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10 mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液 5 mL を正確に量り、検液の調製と同様に操作し、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。

(2) 試験

検液、比較液及び空試験液につき、原子吸光光度法（フレイム方式）により次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液と空試験液の吸光度の差は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

4. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Znとして50 μ g/g以下(タール色素レーキ試験法、重金属亜鉛及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、Znとして50 μ g/g以下であることを示す。

操作法

試料 ~~2.5g~~1.0 g を量り、白金製、石英製又は若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸少量を少しずつ加えて試料全体を潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸 1ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で灰化するまで強熱し、放冷する。~~これ強熱して灰化する。~~炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 5 ml 及び硝酸 1 mlを加えて塊を十分に砕き、水浴上で加熱して蒸発乾固する。更に、塩酸 5 mlを加えて塊を十分に砕き、再度水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）~~10 ml~~を加え、加熱して溶かし、冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）約 ~~30 ml~~で洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。次にこの残留物に塩酸（1→4）~~10 ml~~を加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。更に容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）~~5 ml~~及び水 ~~5 ml~~で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて ~~50 ml~~とし、試料液とする。

~~また、空試験液を試料液の場合と同様に操作して調製する。~~

- (1) 亜鉛 試料液 ~~10.0 ml~~ を量り、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 4 mL 及び水を加えて ~~50 ml~~ 20 mL とし、検液とする。別に空試験液 ~~10.0 ml~~ を量り、亜鉛標準液 ~~2.5 ml~~ 1.0 mL、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 4 mL 及び水を加えて ~~50 ml~~ 20 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して調製した液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (2) 鉄 試料液 ~~4.0 ml~~ 10 mL を量り、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 及び水を加えて ~~50 ml~~ とし、検液とする。別に空試験液 ~~4.0 ml~~ を量り、鉄標準液 ~~5.0 ml~~、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 及び水を加えて ~~50 ml~~

とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して調製した液を空試験液とする。検液及び、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレーム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ
分析線波長 248.3nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

4.5. バリウム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Ba として 500 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、バリウムが、Ba として 500 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料約 ~~10.10~~ g を精密に量り、~~白金製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸 1ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、電気炉に入れ、450～550 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間強熱する。冷後、無水炭酸ナトリウム 5g を加えてよく混和した後、ふたをして加熱し、融解する。更に 10 分間加熱を続け、冷後、水 20ml を加え、水浴上で加熱し、融解物を溶かす。冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が硫酸塩の反応を呈さなくなるまで水で洗う。次にろ紙上の残留物をろ紙とともにビーカーに移し、塩酸 (1 \rightarrow 4) 30ml を加え、よく振り混ぜた後、煮沸する。冷後、ろ過し、ろ紙上の残留物を水 10ml で洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 5ml を加えて溶かし、必要があればろ過し、塩酸 (1 \rightarrow 4) 0.25ml を加え、よく混和した後、水を加えて 25ml とし、検液とする。硝酸 5 mL を加え、100 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間加熱する。冷後、水で正確に 100 mL とし、検液とする。別に、バリウム標準液 0.5ml、塩酸 (1 \rightarrow 20) 0.25ml 及び水を加えて 25ml 1 mL を正確に量り、水で正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水約 50 mL を加え、更に硝酸 5 mL を加え、冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。検液及び、比較液及び空試験液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法発光分光分析法により試験を行うとき、検液と空試験液の発光強度の差は、比較液の発光強度以下である。~~

6. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As₂O₃ として 4.03 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、As₂O₃ として 4.03 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 0.50 g を量り、~~石英性又は磁製のろつぼ又は耐熱性ガラスビーカー~~に入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 10) 20ml を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。その後、150 $^{\circ}\text{C}$ から 500 $^{\circ}\text{C}$ の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱して灰化する。なお炭化物が残るとき場合は、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び強熱して電気炉に入れ 450～550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 ml を加え、必要

があれば水約 10-ml を加え、ふたをし、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて 25-ml とし、検液とする。別に、ヒ素標準液 2.0-ml 3.0mL、塩酸 6 mL 及び水を加えて 25-ml とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、それぞれの液 4 mL に塩酸 3 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、L (+) -アスコルビン酸溶液 (1→10) 2 mL 及び水を加えて 20mL とし、ヒ素試験法の装置 C を用いる方法により、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及び L (+) -アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

6. ~~他の色素レーキ~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素レーキ試験法、他の色素レーキ(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。~~

~~操作法~~

- ~~(1) 試料のタール色素として 0.10g を含む量を量り、酢酸 (1→3) 60mL を加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて 100mL とし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液 2μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/1%アンモニア溶液/無水エタノール混液 (6:3:2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィ用 2 号を用い、展開溶媒が約 15cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。~~
- ~~(2) 酢酸 (1→3) の代わりに 1%アンモニア溶液を用い、25%エタノール/5%アンモニア溶液混液 (1:1) を展開溶媒として(1)と同様に行う。~~
- ~~(3) 試料の色素酸としての 0.050g を含む量を量り、(1)と同様に行う。~~
- ~~(4) 酢酸 (1→3) の代わりに酢酸 (1→20) を用い、(1)と同様に行う。~~

7. 定量法

- (1) 別に規定する量の試料を精密に量り、500-ml の広口三角フラスコに入れ、硫酸 (1→20) 20 ml を加え、よく振り混ぜた後、熱湯 50-ml を加え、加熱して溶かす。更に熱湯 150-ml を加えた後、クエン酸ナトリウム クエン酸三ナトリウム二水和物 15 g を加えて、必要があれば超音波処理で溶かし、この液中に二酸化炭素又は窒素を通じながら、かつ同時に激しく煮沸しながら沸騰させながら 0.1mol/L 三塩化チタン 塩化チタン (III) 溶液で滴定する。終点は、試料の固有の色が消えたる時とする。
- (2) クエン酸ナトリウム クエン酸三ナトリウム二水和物 の代わりに 酒石酸水素ナトリウム (+) -酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (1) と同様に行う。
- (3) クエン酸ナトリウム クエン酸三ナトリウム二水和物 の代わりに 酒石酸水素ナトリウム (+) -酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (1) と同様に行う。ただし、指示薬として ライトグリーン SF 黄口溶液 ライトグリーン S F イエロー (1→1,000) 10-ml を用い、別に空試験を行い補正する。

2526. 窒素定量法

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で加熱分解し、窒素をアンモニア性窒素とした後、アルカリにより遊離させ、水蒸気蒸留法により捕集した硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを滴定法により定量する方法である。

(1) ケルダール法

装 置

概略は、次の図による。ただし、接続部は、すり合わせにしてもよい。

A : 分解フラスコケルダールフラスコ (硬質ガラス製 容量約 300mL)

B : ガラス管

C : アルカリ溶液注入用漏斗

D : ゴム管 (BとCを連結する。途中にピンチコックが付けてある。)

E : しぶき止め

F : 蒸留管

G : 冷却器

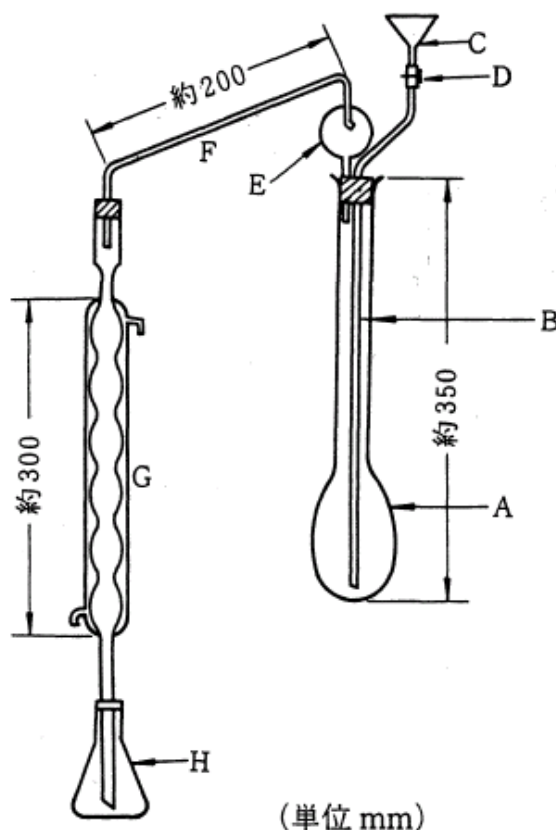
H : 吸収用フラスコ (容量約 300mL)

操 作 法

別に規定するもののほか、窒素約 ~~0.02~~0.02~0.03~~30~~30mg に対応する量の試料を精密に量り、分解フラスコケルダールフラスコAに入れ、硫酸カリウムの粉末 5 g、硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g 及び硫酸 20mL を加える。次にAを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の透明な液となった後、更に1~2時間加熱する。冷後、水 150mL を徐々に加え、冷却する。冷後、沸騰石又は粒状の亜鉛 2~3 粒を加え、装置を組み立てる。

吸収用フラスコHに 0.05mol/L 硫酸 25mL を正確に量って入れ、更に水約 50mL を加え、冷却器Gの下端をこの液中に浸す。次に、漏斗Cから水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 85mL を徐々に加え、更に少量の水で洗い込み、ゴム管Dの部分のピンチコックを閉じ、Aを軽く揺動かして内容物を混和した後、穏やかに加熱し、沸騰し始め

たならば加熱を強めて、内容物の約 2/3 容量が留出するまで蒸留する。次にGの下端をHの液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、Gの下端を少量の水で洗い込み、Hの液中の過量の酸過量の硫酸を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の判定確認は、通例、電位差計を用いる。~~又は指示薬~~ (プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液 3 滴) を用いる。指示薬を用いる場合の終点は、液の赤紫色が微灰黄色を経て微灰緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。



0.05mol/L 硫酸 1 mL = 1.401mg N

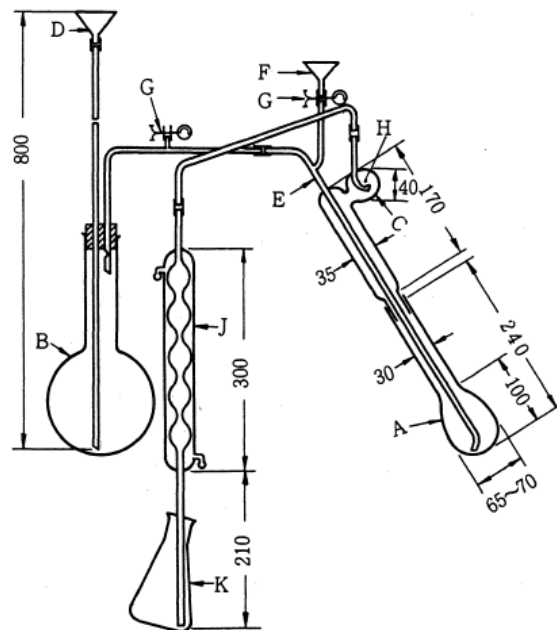
(2) セミマイクロケルダール法

装 置

~~総硬質ガラス製で、その概略は、次の図による。ただし、総硬質ガラス製で、~~接続部は、~~すり合~~わせにしてもよい。装置に用いるゴムは、すべて水酸化ナトリウム溶液（1→25）中で10～30分間煮沸し、次に水中で30～60分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

ただし、有機物の分解、生成したアンモニアの蒸留及びその定量における滴定終点検出法等に自動化された装置を用いることもできる。

- A：ケルダールフラスコ
- B：水蒸気発生器（硫酸2～3滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。）
- C：しぶき止め
- D：給水用漏斗
- E：蒸気管
- F：アルカリ溶液注入用漏斗
- G：ピンチコック付きゴム管
- H：小孔（径は、管の内径にほぼ等しい。）
- J：冷却器（下端は、斜めに切つてある。）
- K：受器吸収用フラスコ



(単位 mm)

操 作 法

別に規定するもののほか、窒素2～3mgに対応する量の試料を精密に量るかり，又はピペットで正確に量り，ケルダールフラスコAに入れ，これに硫酸カリウム10gと硫酸銅(II)五水和物1gの混合物の粉末1gを加え，Aの首に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にAの内壁に沿って硫酸7 mLを加える。

次にAを振り動かしながら，過酸化水素1 mLを少量ずつ内壁に沿って注意して加える。Aをセラミック金網又はセラミック板上で徐々に加熱し，更にAの首で硫酸が液化する程度に加熱する。液が青色澄明を経てあざやかな緑色透明となり，Aの内壁に炭化物を認めなくなったとき，加熱をやめる後，更に1～2時間加熱を続ける。必要ならばがあれば冷却した後，過酸化水素少量を追加し，再び加熱する。冷後，水20 mLを注意しながら加えて冷却する。

次に，Aを，あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器吸収用フラスコKにはホウ酸溶液（1→25）15 mLを入れ，適量の水を加え，冷却器Jの下端をこの液に浸す。漏斗Fから水酸化ナトリウム溶液（2→5）30 mLを加え，注意して水10 mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管Gのピンチコックを閉じ，水蒸気を通じて留液80～100 mLを得るまで蒸留する。Jの下端を液面から離し，更にしばらく蒸留を続けた後，少量の水でJの下端を洗い込み，0.005mol/L硫酸で滴定する。終点の判定確認は，~~通例、電位差計を用いる。又は~~指示薬（プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴）を用いる。指示薬を用いる場合の終点は，液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.1401mgN

ただし、自動化された装置を用いる場合、その操作法はそれぞれの装置の指示に従って行う。

2627. 定性反応試験法

定性反応試験法は、確認試験などにおいて用いる試験法である。別に規定するもののほか、試料の液の濃度は、約1%として行う。、通例、規定された液2～5mLを量り、内径8.0～18mmの試験管内で試験を行う。液性調整には、反応の妨げとならない酸性又はアルカリ性の溶液を用いる。

亜鉛塩

- (1) 亜鉛塩の中性～アルカリ性の溶液に硫化アンモニウム試液又は硫化ナトリウム試液を加えるとき、帯白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸（1→20）を加えるとき溶けないが、更に塩酸（1→4）を加えるとき溶ける。
- (2) 亜鉛塩の溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水合物溶液（1→10）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に塩酸（1→4）を加えるとき溶けないが、他の一部に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき溶ける。

亜塩素酸塩

- (1) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5 mLに塩酸（1→4）5 mLを加えるとき、黄色のガスを発生し、液は黄褐色を呈する。
- (2) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5 mLに過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1 mLを加え、これに硫酸（1→20）1 mLを加えるとき、液の赤紫色は消える。

亜硝酸塩

- (1) 亜硝酸塩の溶液（1→20）に硫酸（1→20）を加えて酸性とするとき、特異なおいのある黄褐色のガスを発生し、~~硫酸第一鉄硫酸鉄(II)七水和物~~の結晶少量を追加するとき、液は暗褐色を呈する。
- (2) 亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液2～3滴を加え、塩酸（1→4）を滴加するとき、液は黄褐色となり、次に黒紫色の沈殿を生じ、デンプン試液を追加する加えるとき、液は濃青色を呈する。

亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

- (1) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の酢酸酸性溶液にヨウ素・ヨウ化カリウム試液を滴加するとき、試液の色は消える。
- (2) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の溶液（1→20）を酢酸で酸性とし、調製した溶液と等容量の塩酸（1→4）を加えるとき、二酸化硫黄のにおいを発生し、液は濁らない。これに硫化ナトリウム試液1滴を追加するとき、液は直ちに白濁し、次にこの白濁は、黄色の沈殿に変わる。

アルミニウム塩

- (1) アルミニウム塩の溶液（1→20）に塩化アンモニウム溶液（1→10）及びアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) アルミニウム塩の溶液（1→20）に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) アルミニウム塩の溶液にわずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加え、~~アリザリンS~~アリザリンレッドS溶液（1→1,000）5滴を追加するとき、沈殿の色は赤色に変わる。

安息香酸塩

- (1) 安息香酸塩の溶液(1→20)に塩酸(1→4)を加えて酸性とするとき、結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、冷水でよく洗い、乾燥し、融点を測定するとき、~~約121～123~~120～124℃である。
- (2) 安息香酸塩の溶液(1→20)を中和し、~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)六水和物溶液(1→10)を加えるとき、淡黄赤色の沈殿を生じ、塩酸(1→4)を追加するとき、白色の沈殿に変わる。

アンモニウム塩

アンモニウム塩に過量の水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えて加温するとき、アンモニアのにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤した~~赤色リトマス紙~~リトマス紙(赤色)を青変する。

塩化物

- (1) 塩化物の溶液(1→20)に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき、塩素のにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤したヨウ化カリウム・デンプン紙を青変する。
- (2) 塩化物の溶液に硝酸銀溶液(1→50)を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸(1→10)を追加するとき溶けないが、他の一部に過量のアンモニア試液を追加するとき溶ける。

過酸化物

- (1) 過酸化物の溶液に等容量の酢酸エチル及び~~重~~二クロム酸カリウム溶液(3→40)1～2滴を加え、更に硫酸(1→20)を加えて酸性と~~するとき、水層は青色を呈し、~~直ちに振り混ぜて放置するとき、~~青色は酢酸エチル層は青色を呈するに移る。~~
- (2) 過酸化物の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液(1→300)を滴加するとき、泡立ち、液の色は消える。

カリウム塩

- (1) カリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを用いて観察すると赤紫色を呈する。
- (2) カリウム塩の溶液(1→20)を中和し、新たに調製した~~酒石酸水素ナトリウム~~(+)-酒石酸水素ナトリウム一水和物溶液(1→10)を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる(ガラス棒で試験管の内壁をこすると、沈殿の生成が速くなる)。沈殿を分離し、これにアンモニア試液、水酸化ナトリウム溶液(1→25)又は~~無水~~炭酸ナトリウム溶液(1→8)を加えるとき溶ける。

カルシウム塩

- (1) カルシウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄赤色を呈する。
- (2) カルシウム塩の溶液に~~シュウ酸アンモニウム~~シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→30)を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸(1→20)を加えるとき溶けないが、塩酸(1→4)を追加するとき溶ける。

クエン酸塩

- (1) クエン酸塩の溶液(1→20)1～2滴にピリジン/無水酢酸混液(3:1)20~~mL~~mLを加え、2～3分間放置するとき、液は赤褐色を呈する。
- (2) クエン酸塩の溶液(1→10)を中和し、等容量の~~希硫酸~~10%硫酸試液を加え、その~~約~~2/3容量の過マンガン酸カリウム溶液(1→300)を加え、液の色が消えるまで加熱した後、全量の1/10容量の臭素試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。

グリセロリン酸塩

- (1) グリセロリン酸塩の溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えるとき、冷時は沈殿を生じない

が、長く煮沸する沸騰させるとき、黄色の沈殿を生じる。

- (2) グリセロリン酸塩に等容量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ、直火で穏やかに加熱するとき、アクロレインの刺激臭を発する。

コハク酸塩

コハク酸塩の溶液（1→20）を pH6～7 に調整し、この液 5 mL に塩化第二鉄塩化鉄（III）六水和物溶液（1→10）1 mL を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

酢酸塩

- (1) 酢酸塩の溶液に硫酸（1→2）を加えて加温するとき、酢酸のにおいを発する。
- (2) 酢酸塩に硫酸及び少量のエタノール（95）及び少量の硫酸を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。
- (3) 酢酸塩の溶液（1→20）を中和し、塩化第二鉄塩化鉄（III）六水和物溶液（1→10）を加えるとき、液は赤褐色を呈し、煮沸する沸騰させるとき、赤褐色の沈殿を生じる。これに塩酸を追加するとき、沈殿は溶け、液の色は黄色に変わる。

次亜塩素酸塩

- (1) 次亜塩素酸塩溶液 5 mL に塩酸 2 mL を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。
- (2) 次亜塩素酸塩の溶液（1→1000）5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→2500）1 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は黄色となり、これにデンプン試液 0.5 mL を加えるとき、液は濃青色を呈する。
- (3) 次亜塩素酸塩の溶液（1→4）5 mL に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1 mL を加え、これに硫酸（1→20）1 mL を加えるとき、液の赤紫色は退色しない（亜塩素酸塩との区別）。

臭素酸塩

- (1) 臭素酸塩の溶液（1→20）を硝酸で酸性とし、硝酸銀溶液（1→50）2～3滴を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、加熱するとき、沈殿は溶ける。これに新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（1→10）1滴を追加するとき、淡黄色の沈殿を生じる。
- (2) 臭素酸塩の溶液（1→20）を硝酸で酸性とし、新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（1→10）5～6滴を加えるとき、液は黄～赤褐色を呈する。

酒石酸塩

- (1) 酒石酸塩の溶液（1→20）を中和し、これに硝酸銀溶液（1→50）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸を加えるとき、沈殿は溶ける。また他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき、沈殿は溶け、徐々に銀鏡を生じる。
- (2) 酒石酸塩の溶液（1→20）に酢酸（1→4）2滴、硫酸第一鉄硫酸鉄（II）試液1滴及び過酸化水素試液2～3滴を加え、更に過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき、液は赤紫～紫色を呈する。
- (3) 酒石酸塩の溶液（1→20）2～3滴に、あらかじめ硫酸 5 mL に ~~1-ゾルシン~~ レソルシノール溶液（1→50）2～3滴及び臭化カリウム溶液（1→10）2～3滴を加えた硫酸 5 mL 液を加え、水浴上で5～10分間加熱するとき、液は濃青色を呈する。これを冷却した後、過量の水の中に注ぐとき、液は赤色を呈する。

硝酸塩

- (1) 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を加えてよく振り混ぜ、冷却した後、硫酸第一鉄硫酸鉄（II）試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じる。

- (2) 硝酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）を加えても、液の赤紫色は退色しない（亜硝酸塩との区別）。

炭酸塩

- (1) 炭酸塩に塩酸（1→4）を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる（炭酸水素塩と共通）。
- (2) 炭酸塩の溶液（1→20）に~~硫酸マグネシウム~~硫酸マグネシウム七水和物溶液（1→10）を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸（1→20）を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 炭酸塩の溶液は、フェノールフタレイン試液 1滴を加えるとき、液は著しく紅赤色を呈する（炭酸水素塩との区別）。

炭酸水素塩

- (1) 炭酸水素塩に塩酸（1→4）を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる（炭酸塩と共通）。
- (2) 炭酸水素塩の溶液（1→20）に~~硫酸マグネシウム~~硫酸マグネシウム七水和物溶液（1→10）を加えるとき、常温では沈殿を生じないが、煮沸する沸騰させるとき、白色の沈殿を生じる。
- (3) 炭酸水素塩の溶液は、フェノールフタレイン試液 1滴を加えるとき、液は赤紅色を呈さず、又は赤紅色を呈しても極めて薄い（炭酸塩との区別）。

チオシアン酸塩

- (1) チオシアン酸塩の溶液に過量の硝酸銀溶液（1→10）を加えるとき、白色の沈殿を生じ、沈殿を分離し、この一部に硝酸（1→10）を追加したとき溶けないが、他の一部にアンモニア水を追加するとき溶ける。
- (2) チオシアン酸塩の溶液に~~塩化第二鉄~~塩化鉄（III）六水和物溶液（1→10）を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸を加えるとき液の赤色は退色しない。

鉄塩、~~第一鉄~~（II）塩

- (1) ~~第一鉄塩~~鉄（II）塩の弱酸性溶液に新たに調製した~~フェリシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄（III）酸カリウム溶液（1→10）を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸（1→4）又は硝酸（1→10）を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) ~~第一鉄塩~~鉄（II）塩の溶液に水酸化ナトリウム溶液（1→25）又はアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じる（これを振り混ぜるとき、沈殿の色は、速やかに灰緑色となり、次第に赤褐色に変わる。）。これに硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、塩酸（1→4）を追加するとき、沈殿は溶ける。

鉄塩、~~第二鉄~~（III）塩

- (1) ~~第二鉄塩~~鉄（III）塩の弱酸性溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄（II）酸カリウム三水和物溶液（1→10）を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸（1→4）又は硝酸（1→10）を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) ~~第二鉄塩~~鉄（III）塩の溶液に水酸化ナトリウム溶液（1→25）又はアンモニア試液を加えるとき、赤褐色のゲル状の沈殿を生じ、硫化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿の色は黒色に変わる。沈殿を分離し、これに塩酸（1→4）を加えるとき、沈殿は溶け、白濁する。
- (3) ~~第二鉄塩~~鉄（III）塩の中性～弱酸性溶液にチオシアン酸アンモニウム溶液（2→25）を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸を加えるとき液の赤色は退色しない。

銅塩、~~第二銅~~（II）塩

- (1) 第二銅塩銅(II)塩の塩酸酸性溶液によく磨いた鉄片を浸して放置するとき、その表面に黄赤色の金属が析出する。
- (2) 第二銅塩銅(II)塩の溶液に少量のアンモニア試液を加えるとき、淡青色の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶け、液は濃青色を呈する。
- (3) 第二銅塩銅(II)塩の溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じ、この一部に酢酸(1→20)を追加するとき、沈殿は溶けないが、他の一部にアンモニア試液を追加するとき溶け、液は濃青色を呈する。

ナトリウム塩

- (1) ナトリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄色を呈する。
- (2) ナトリウム塩の溶液(1→20)を中和し、~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる(ガラス棒で試験管の内壁をこすると沈殿の生成が早くなる。)

乳酸塩

乳酸塩の溶液(1→20)を硫酸で酸性とし、過マンガン酸カリウム溶液(1→50)を加えて加熱するとき、アセトアルデヒドのにおいを発する。

マグネシウム塩

マグネシウム塩の溶液に塩化アンモニウム溶液(1→10)及び炭酸アンモニウム試液を加えるとき、沈殿を生じないが、~~リン酸二ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水溶液(1→10)を追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これにアンモニア試液を加えても溶けない。

硫酸塩

- (1) 硫酸塩の溶液に~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液(3→25)を加えるとき、白色の沈殿を生じ、塩酸又は硝酸(1→10)を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) 硫酸塩の中性溶液に酢酸鉛(II)試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸アンモニウム溶液(1→10)を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 硫酸塩の溶液に等容量の塩酸(1→4)を加えるとき、白濁を生じない(チオ硫酸塩との区別)。また二酸化硫黄のにおいを発しない(亜硫酸塩との区別)。

リン酸塩(正リン酸塩)

- (1) リン酸塩の中性溶液に硝酸銀溶液(1→50)を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、硝酸(1→10)又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (2) リン酸塩の中性～硝酸酸性溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、水酸化ナトリウム溶液(1→25)又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。

2728. 鉄試験法

鉄試験法は、試料添加物中に混在する鉄化合物の許容される限度量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Feとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法, 比較液鉄標準液1.0mL)」とあるのは、本品1.0gを量り、試料とし、第1法により操作し、比較液には、鉄標準液1.0mLを用いて試験を行うとき、Feとして10 μ g/g以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、鉄試験用 pH4.5 の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5) 30mLを加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。比較液は別に規定する量の鉄標準液をとり量り、鉄試験用 pH4.5 の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5) 30mLを加えて比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、塩酸 (1→4) 10mLを加え、必要があれば加温して溶かす。次に酒石酸 L (+) - 酒石酸 0.5 gを加えて溶かした後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、更に鉄試験用 pH4.5 の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5) 20mLを加えて検液とする。比較液の調製は別に規定する量の鉄標準液をとり量り、塩酸 (1→4) 10mLを加えた後、検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液をそれぞれネスラー管にとり、鉄試験用アスコルビン酸 L (+) - アスコルビン酸溶液 (1→100) 2 mLを加えて混和し、30分間放置した後、~~α, α'-~~ジピリジルのエタノール溶液 2, 2'-ビピリジル・エタノール (95) 溶液 (1→200) 1 mL及び水を加えて 50mLとし、30分間放置後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

2829. 鉛試験法 (原子吸光光度法)

鉛試験法は、試料添加物中に混在する鉛の許容される限度量を原子吸光光度法により試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして 2 μg/g 以下 (2.0g, 第1法, 比較液鉛標準液4.0mL, フレーム方式) とあるのは、本品2.0gを量り、試料とし、第1法により検液を調製し、比較液の調製に鉛標準液4.0mLを用い、フレーム方式により試験を行うとき、Pbとして 2 μg/g 以下であることを示す。」

操作法

第1法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。

第1法

別に規定する量の試料を量り、白金製又は、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れ、~~る。~~硫酸少量 (1→4) を加えて試料全体を潤した後、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、~~放冷し、更に硫酸 1 mL を加え、~~温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸 (1→4) を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。なお、液体試料及び炭化しにくい試料等の場合には、硫酸 (1→4) の代わりに硫酸を用いてもよい。また、試料が水溶液の場合には、穏やかに加熱して蒸発乾固させた後

に硫酸を加えて炭化してもよい。試料が炭化した後、容器に緩くふたをして電気炉に入れ、徐々に加熱して温度を上げて450～600℃で灰化するまで強熱する。強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で碎き、硫酸（1→4）1 mL及び硝酸1 mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10 mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に10 mLとし、検液とする。

なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。
また、別に規定するもののほか、量の鉛標準液1.0 mLを正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に10 mLとし、たものを比較液とする。

第2法

別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸1 mLを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。容器に緩くふたをして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で碎き、硫酸（1→4）1 mL及び硝酸1 mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10 mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に10 mLとし、検液とする。

なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。
別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に10 mLとしたものを比較液とする。

第3法

別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸（1→4）又は硫酸を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸（1→4）を更に加え、この操作を繰り返す。なお、疎水性物質及び炭化しにくい試料等の場合には、穏やかに加熱して試料を融解させ、冷後、硫酸（1→4）または硫酸を用いて炭化してもよい。容器にふたをして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で碎き、硫酸（1→4）1 mL及び硝酸1 mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10 mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）20 mLを入れ、容器を時計皿等で覆い、加温して溶かし、試料液とする。なお、残留物が溶けない場合には、容器を時計皿等で覆い、5分間沸騰させ、冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10 mLを加える。指示薬としてチモールブルー試液1 mLを加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。変色点が見にくい場合には、pH試験紙又はpH計を用いてpH 8～9に調整する。この液を分液漏斗または遠心管に移し、灰化容器を少量の水または温水で洗い、洗液を合わせる。沈殿が生じる場合には、更に水を加え約100 mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10 mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

第4法

別に規定する量の試料を量り、ケルダールフラスコ又は耐熱ガラス製のビーカー若しくはコニカルフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5 mL を加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸 2 mL を追加して、液が透明になり濃厚な白煙が発生するまで加熱する。なお、加熱中に内容物が黒化する場合には、硝酸 2 mL ずつ追加して加熱を続ける。冷後、塩酸（1→4）10mL を加えて、容器を時計皿等で覆い、沈殿が溶けるまで加熱する。必要があれば塩酸（1→4）を更に加えてもよい。冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mL を加える。チモールブルー試液 1 mL を指示薬として、液の色が黄色から緑色に変わるまでアンモニア水を加える。変色点が見にくい場合には、pH 試験紙又は pH 計を用いて pH 8～9 に調整する。この液を分液漏斗または遠心管に移し、灰化容器を少量の水または温水で洗い、洗液を合わせる。沈殿が生じる場合には、更に水を加え約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、検液とする。

なお、試料液の調製に自動化された湿式灰化装置を用いることもできる。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

第5法

別に規定する方法で試料液を調製する。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の黄色が淡黄緑色に変わるまで加える。変色点が見にくい場合には、pH 試験紙又は pH 計を用いて pH 8～9 に調整する。冷後、内容物を分液漏斗または遠心管に移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

(2) 試験

別に規定するもののほか、~~検液及び比較液につき、原子吸光光度法（フレイム方式）により次の条件で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。~~

次の方法により試験を行う。

フレイム方式

原子吸光光度法（フレイム方式）により次の条件で検液及び比較液の吸光度を測定する。

検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

電気加熱方式

原子吸光光度法（電気加熱方式）の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準液は鉛標準液適量を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて調製する。また、測定用溶液には同容積

の硝酸パラジウム試液を加え、よく混ぜ合わせる。硝酸（1→100）を用いて空試験を行い、補正する。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

乾燥温度 110℃

灰化温度 600℃

原子化温度 2100℃

第2法

(1) ~~検液の調製~~

~~別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。~~

~~別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。~~

~~別に規定する量の試料を量り、ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ、硝酸0.5mlを加えて溶かした後、密封し、150℃で5時間加熱する。冷後、水を加えて正確に5mlとし、検液とする。~~

(2) ~~試験~~

~~別に規定するもののほか、次の方法により試験を行う。~~

~~検液3個以上をとり、原子吸光度法（電気加熱方式）の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準液は鉛標準液適量を正確に量り、水を加えて調製する。また、測定用溶液には同容積の硝酸パラジウム試液を加え、よく混ぜ合わせる。硝酸10mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとした溶液を用いて空試験を行い、補正する。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ 鉛中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 283.3nm~~

~~乾燥温度 110℃~~

~~灰化温度 600℃~~

~~原子化温度 2,100℃~~

2930. 粘度測定法

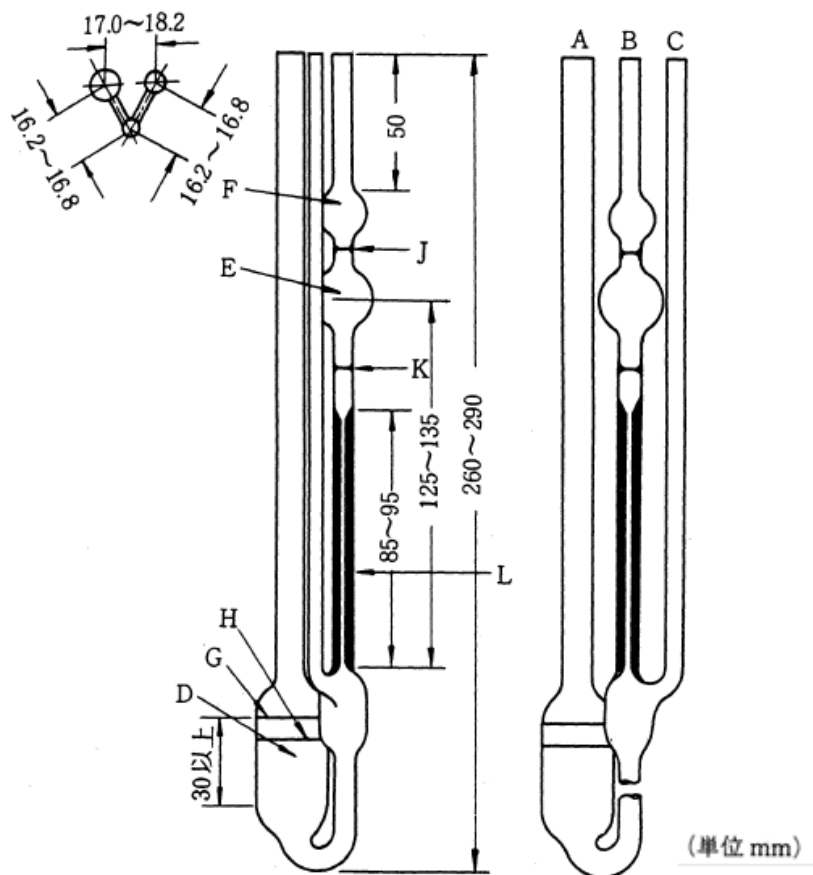
粘度測定法は、粘度計により試料の動粘度及び（絶対）粘度を測定する方法である。その単位は、通例、それぞれ平方ミリメートル毎秒（ mm^2/s ）及びミリパスカル秒（ $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ）を用いる。

第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を流下するのに要する時間を測定し、動粘度を算出する。

装 置

別に規定するもののほか、この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、次の図に示すウベローゲ型粘度計を用いる。



- A, B及びC : 管部
- D, E及びF : 球部
- G, H, J及びK : 標線
- L : 毛細管部

毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲との大体的な関係を表に示す。毛細管の内径は、表に示したものでなくてもよいが、流下時間が200~1,000秒になるような粘度計を選ぶ。

毛細管の内径 (mm) [許容差: ±10%]	動粘度の範囲 (mm ² /s)
0.586~0.60	2~10
0.735~0.79	6~30
0.885~0.89	10~50
1.037~1.13	20~100
1.3640~1.46	60~300
1.5561~1.67	100~500
1.8392~1.98	200~1,000
2.4363~2.71	600~3,000
2.753.01~3.11	1,000~5,000
3.2758~3.66	2,000~10,000

4. 32.68 ~ 4.88	6,000~30,000
5. 20.33 ~ 5.55	10,000~50,000
6. 25.41 ~ 6.67	20,000~100,000

操作法

試料を泡が入らないように注意しながらA管に入れ、粘度計を垂直にしたとき試料の液面が球部Dの標線中GとHの間にくるようにする。この粘度計を別に規定する温度(±0.1℃)の恒温水槽中にB管の球部Fが水中に没するまで入れ、垂直に固定し、試料が規定温度になるまで約20分間放置する。C管を指で閉じ、B管から静かに試料を吸い上げ、液面が球部Fのほぼ中心に達したとき、C管の管口を開き、直ちにB管の管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後の試料が流下したとき、B管の管口を開き、液面が標線Jから標線Kまで流下するに要する時間t(秒)を測定し、次式により動粘度(ν)を求める。

$$\nu = K k t$$

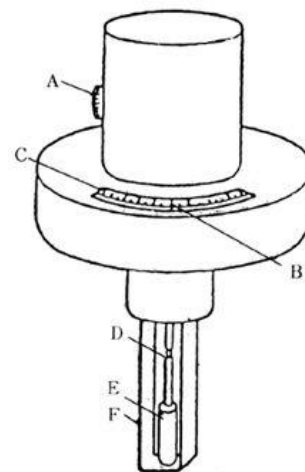
ただし、 K (mm^2/s^2) k は、粘度計の定数であり、あらかじめ蒸留水又は粘度計校正用のわかっている標準液を用いて同様に操作して定めておく。このときの温度は、試料の測定時の温度と異なっても差し支えない。

第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力(トルク)をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

装置

~~この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに働く液体の粘性抵抗により生ずるトルクをバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する。~~次の図に示すブルックフィールド型粘度計を用いる。ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料に適したものを選ぶ。



- A : 回転数切り換えつまみ
- B : 指針
- C : 目盛
- D : 液浸マーク
- E : ローター
- F : ガード

操作法

成分規格・保存基準各条で規定するローターEとガードF(低粘度用アダプター使用時を除く)をとり付ける。回転数切り換えつまみAを成分規格・保存基準各条で規定する回転数に設定する。試料を入れた容器中にEを静かに入れ、試料の液面を液浸マークDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させると指針Bは0より動き始める。成分規格・保存基準各条に規定するように、Bが安定するか、一定時間経過後、回転をやめ、Bの示す目盛りCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる表の換算定数を乗じて、試料の粘度を算出する。

例えば、成分規格・保存基準各条で、 $1,500 \sim 2,500 \text{Pa} \cdot \text{s}$ （2号，12回転，30秒間）と規定した場合は，2号ローターを用い，1分間12回転で回転した時，30秒後の粘度が $1,500 \sim 2,500 \text{Pa} \cdot \text{s}$ であることを示す。また，成分規格・保存基準各条で $30,000 \sim 40,000 \text{Pa} \cdot \text{s}$ （4号，12回転，安定）と規定した場合は，4号ローターを用い，1分間12回転で回転し，指針の目盛り示度が安定した時の粘度が $30,000 \sim 40,000 \text{Pa} \cdot \text{s}$ であることを示す。

ローターの種類	回転数 60	30	12	6
アダプター	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1,000

3031. 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは，適当な固定相で作られた薄層を用い，混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり，物質の確認又は純度の試験等に用いる。

薄層板の調製

別に規定するもののほか，次の方法により調製し，~~湿気を避けて保存~~する。

適当な器具を用い，別に規定する担体に水適当量を加えて懸濁液を作り，これを $50 \text{mm} \times 200 \text{mm}$ 又は $200 \text{mm} \times 200 \text{mm}$ の平滑で均一な厚さのガラス板に $0.2 \sim 0.3 \text{mm}$ の厚さで均一に塗布し，風乾後，更に別に規定する条件で乾燥する。薄層板は湿気を避けて保存し，作成後の日数が経過したものは，加熱乾燥して用いる。ガラス板の代わりに適当なプラスチック板も使うことができる。

更に，別に規定された担体をガラス板，プラスチック板又はアルミニウムシートにあらかじめ塗布あるいは熔着させた薄層板を使うこともできる。

操作法

別に規定するもののほか，次の方法で行う。

薄層板の一端から約 20mm の位置を原線とし，両側から少なくとも 10mm 離し，原線上に別に規定する量の検液及び対照液をマイクロピペット等を用いて 10mm 以上の適当な間隔で，~~スポットの~~直径が約 3mm の円形状になるように付け，風乾する。次に原線のある部分を下にして，この薄層板を展開用容器に入れ，密閉して展開を行う。展開用容器にはあらかじめ別に規定する展開溶媒を 10mm の深さに入れ，展開溶媒の蒸気で飽和しておく。展開溶媒の先端が原線から別に規定する距離まで上昇したとき，薄層板を取り出し，風乾した後，別に規定する方法により，検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。 R_f 値は次の式によって求める。

原線からスポット中心までの距離

$$R_f = \frac{\text{原線からスポット中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

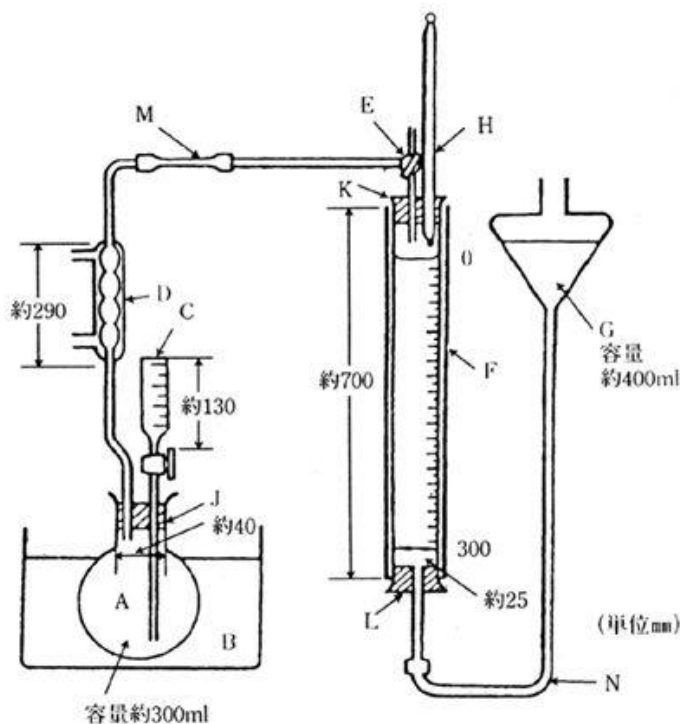
3132. 発生ガス測定法

発生ガス測定法は、合成膨脹剤から発生するガス量を測定する方法である。

装置

概略は、次の図による。

- A : ガス発生用丸底フラスコ
(容量約 300mL)
- B : 水浴
- C : 酸滴加漏斗
- D : 冷却器
- E : 三方コック
- F : 外とう管付ガスビュレット
(容量約 300mL で 1 mL ごとに目盛を付けたもの)
- G : 水準瓶 (容量約 400mL)
- H : 温度計
- J, K 及び L : ゴム栓
- M 及び N : ゴム管



置換溶液の調製

塩化ナトリウム 100 g を量り、水 350 mL を加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム 1 g を加え、メチルオレンジ試液に対してわずかに酸性を呈するまで塩酸 (1 → 3) を加える。

操作法

あらかじめ水 100 mL を入れたガス発生用フラスコ A に試料 (二剤式合成膨脹剤の場合は、使用時の混合割合に混合したものを試料とする。) 2.0 g を和紙等、測定の妨げとならない紙に包んで投入し、装置を連結し、三方コック E を開放にして、水準瓶 G を上下して内部の置換溶液を移動させ、ガスビュレット F の目盛の 0 に合わせる。冷却器 D に水を流し、三方コック E を回して冷却器 D とガスビュレット F を貫通させた後、滴加漏斗 C から塩酸 (1 → 3) 20 mL を滴加し、直ちに滴加漏斗のコックを閉じ、時々フラスコを緩やかに振り動かしながら、75°C の水浴中で加熱し、ガスビュレット F 中の液面の低下に応じて水準瓶 G を下げる。3 分後にガスビュレット F と水準瓶 G の液面を平衡にしたときの液面の目盛 V (mL) を読み、同時に温度計 H で発生ガスの温度 t °C を読み取る。次式により標準状態における発生ガス量 V_0 (mL) を求める。別に空試験値 v (mL) を求め補正する。

$$V_0 \text{ (mL)} = (V - v) \times \frac{P - p}{101} \times \frac{273}{273 + t}$$

ただし、P : 測定時における大気圧 (kPa)

p : t °C における水の蒸気圧 (kPa)

3233. pH 測定法

pH は、水素イオン濃度 (mol/L) の値に、活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。~~ガラス電極による pH 計を用いて測定する。~~

検液の pH は、基本的には溶液中の水素イオン活量を表す値であり、次式で定められている。この値は、希薄溶液においては溶液中の水素イオン濃度をその逆数の常用対数で示した値とかなりよく一致する標準液の pH (pH_s) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$pH = pH_s + \frac{E - E_s}{2.3026 R T / F}$$

pH_s : pH 標準液の pH 値

E : 試料の液の中でガラス電極と比較電極を組み合わせた電池の起電力 (ボルト) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料の液 || 比較電極

E_s : pH 標準液中でガラス電極と比較電極を組み合わせた電池の起電力 (ボルト) で、電池の構成は、次に示される。

ガラス電極 | pH 標準液 || 比較電極

R : 気体定数

T : 絶対温度

F : ファラデー定数

各温度における 2.3026 R T / F の値 (ボルト) は、表のとおりである。

液温	2.3026RT/F	液温	2.3026RT/F
5℃	0.05519	35℃	0.06114
10℃	0.05618	40℃	0.06213
15℃	0.05717	45℃	0.06313
20℃	0.05817	50℃	0.06412
25℃	0.05916	55℃	0.06511
30℃	0.06015	60℃	0.06610

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL) と規定する場合は、本品 1.0 g を量り、水 20~~mL~~mL を加えて溶かした液の液性が、pH6.0~7.5 であることを示す。

pH 標準液の調製

pH 標準液は、液性 pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、導電率 2 μS/cm (25℃) 以下の水を用いる。~~精製水を蒸留し、留液を 15 分間以上煮沸し、二酸化炭素を追い出した後、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けて冷却する。pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶に保存する。長期間の保存によって液性が変化することがあるため、通例、酸性の pH 標準液は、3 か月以内に使用し、塩基性の pH 標準液は、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けて保存し、1 か月以内に~~ホ

ウ酸塩 pH 標準液、炭酸塩及び水酸化カルシウム pH 標準液の場合には、導電率 $2\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C) 以下の水を 15 分間以上煮沸した後、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰管）を付けて冷却した水を使用する。

pH 標準液の調製方法は、次によるが、計量法に規定する pH 標準液を用いてもよい。

pH 標準液は、上質の硬質ガラス製又はポリエチレン製の瓶中に密閉して保存する。pH 標準液は、長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので、調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して、pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある。

シュウ酸塩 pH 標準液 ~~pH 測定用四シュウ酸カリウム~~ pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物をめのう乳鉢ですりつぶし粉末とし、デシケーターで 18 時間以上保存する。乾燥した後、その 12.60671 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000 mL とする。

フタル酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用フタル酸水素カリウムを 120°C で約 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷する。粉末とし、~~110°C で恒量になるまで乾燥した後~~、その 10.11921 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000 mL とする。

中性リン酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用リン酸一カリウム pH 測定用リン酸二水素カリウムを $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ で 2 時間、及び pH 測定用無水リン酸二ナトリウム pH 測定用リン酸水素二ナトリウムはを粉末とし、~~110°C で恒量になるまで乾燥した後~~ 2 時間それぞれ加熱し、デシケーター中で放冷する。リン酸一カリウム pH 測定用リン酸二水素カリウム 3.4390 g (~~0.025 グラム分子量~~) 及びリン酸二ナトリウム pH 測定用リン酸水素二ナトリウム 3.5536 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、正確に 1,000 mL とするこの液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用リン酸二水素カリウムを $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ で 2 時間、pH 測定用リン酸水素二ナトリウムは 110°C で 2 時間それぞれ加熱し、デシケーター中で放冷する。pH 測定用リン酸二水素カリウム 1.179 g 及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウム 4.302 g を量り、少量の水に溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1000 mL とする。

ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用ホウ酸ナトリウム四ホウ酸ナトリウム十水和物をめのう乳鉢ですりつぶし、~~デシケーター（水で潤した臭化ナトリウム飽和溶液に、更に臭化ナトリウムを加えた溶液を入れたデシケーター中に放置して、恒量とするした後、~~ その 3.8041 g を正確に量り、少量の水（二酸化炭素除去）にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000 mL とする。

炭酸塩 pH 標準液 pH 測定用炭酸水素ナトリウムを、デシケーター中で恒量になるまで乾燥する。約 3 時間放置し、その 2.9210 g を正確に量る。別に pH 測定用炭酸ナトリウムを $300\sim 500^\circ\text{C}$ で白金製のるつぼに入れ、 600°C で加熱して恒量としになるまで乾燥し、その 2.6405 g を正確に量る。両者を合わせ、少量の水（二酸化炭素除去）にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000 mL とする。

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし、その 5 g をフラスコに入れ、水（二酸化炭素除去）1,000 mL を加え、よく振り混ぜ、 $23\sim 27^\circ\text{C}$ とし、十分に飽和した後、その温度で上澄液をろ過し、澄明なる液（約 $0.02\text{mol}/\text{L}$ ）を用いる。

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を次の表に示す。この表にない温度の pH 値は、表の値から内挿法により求めることができる。

温度	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	中性リン酸 塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	炭酸塩 pH 標準液	水酸化カルシウ ム pH 標準液
0℃	1.67	4.01	6.98	7.53	9.46	10.32	13.43
5℃	1.67	4.01	6.95	7.50	9.39	10.25	13.21
10℃	1.67	4.00	6.92	7.47	9.33	10.18	13.00
15℃	1.67	4.00	6.90	7.43	9.27	10.12	12.81
20℃	1.68	4.00	6.88	7.43	9.22	10.07	12.63
25℃	1.68	4.01	6.86	7.41	9.18	10.02	12.45
30℃	1.69	4.01	6.85	7.40	9.14	9.97	12.30
35℃	1.69	4.02	6.84	7.39	9.10	9.93	12.14
40℃	1.70	4.03	6.84	7.38	9.07		11.99
50℃	1.71	4.06	6.83	7.37	9.01		11.70
60℃	1.73	4.10	6.84		8.96		11.45

装置 pH計の構造

pH 計は、通例、ガラス電極及び比較電極からなる検出部と、検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示に対応する pH を指示する指示部からなる。指示部には、ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある。その他、装置によっては温度補償用つまみ等を備えたもの非対称電位調整用及び温度補償用つまみがあり、また感度調整用つまみを備えるものがある。

pH 計は、次の操作法に従い、任意の種類の pH 標準液の pH を、毎回検出部を水でよく洗った後、5 回繰り返し測定するとき、その再現性が ± 0.05 以内のものを用いる。

操作法

ガラス電極は、あらかじめ水に数時間以上浸しておく。pH 計には、電源を入れて、装置が安定したことを確認した後 5 分間以上たってから、使用する。検出部をよく水で洗い、付着した水は、ろ紙などで軽くふきとる。

pH 計の校正は、2 種類の pH 標準液を用いて、通例、次のように行う。検出部 1 点で調整する場合は、温度補償用つまみを pH 標準液の温度と一致させ、検出部を試料の液の pH 値に近い pH 標準液中に浸し、2 分間以上たってから pH 計の指示が、その温度における pH 標準液の液性になるように非対称電位調整用つまみを調整する。2 点で調整する場合は、まず温度補償用つまみを液温に合わせ、通例、を中性リン酸塩 pH 標準液に浸し、ゼロ校正用つまみを用いて、非対称電位調整用つまみを用いて液性を一致させ pH 標準液の温度に対応する値に一致させる。次に、予想される検試料の液の pH 値に近いを挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として同様の条件でその pH を測定する。得られた pH が pH 標準液の温度に対応する値一致しないとき、スパン校正用つまみを用いて、規定の pH に一致させる。二つの pH 標準液の pH が、調整操作なしに規定された pH 値に ± 0.05 以内で一致するまで同様の操作を繰り返す。なおに浸し、感度調整用つまみ又は標準液の温度にかかわらず、温度補償用つまみ

まみがある装置を用いる場合、目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後、校正を行う。また、自動化された装置において、以上の操作を自動的に行を用いて同様に操作する。う機能を有している場合、二つの pH 標準液の pH が、規定された pH 値に±0.05 以内で一致することを定期的に確認する必要がある。

以上の調整校正が終了した後、終われば検出部をよく水で洗い、付着した水は、~~ろ紙などで軽くふきとる。~~取った後、検出部を検液試料の液に浸し、安定な指示値を与えていることを確認した後、その測定値を読み取る。

操作上の注意

- (1) pH 計の構造及び操作法の細部は、それぞれの pH 計によって異なる。
- (2) pH11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は、誤差が大きいため、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正を行う。
- (3) 検液試料の液の温度は、校正に用いた pH 標準液の温度と等しいことが望ましくさせる必要がある (±2℃以内)。

3334. 比重測定法

比重 d とは、物質の質量とその物質と等体積の標準物質の質量との比をいう。~~本試験法では比重 (d) とは、試料と蒸留水とのそれぞれの温度 t' ℃ 及び、 t ℃ における等体積の質量の比をいい、単に比重と記載した場合は、別に規定するもののほか、試料と蒸留水との 20℃ における等体積の質量比 (d_{20}^{20}) をいう。~~比重の測定は、別に規定するもののほか、第 1 法、第 2 法又は第 4 法を用い、数値に約を付記してある場合は、第 3 法を用いてもよい。

第 1 法 比重瓶 (ピクノメーター) による測定法

比重瓶は、通例、容量 10~100 mL の瓶ガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と、標線及びすり合わせのふたのある側管とがある。

あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 ($\#M$) を精密に量る。次に栓とふたを取り、試料を満たして規定温度 (t' ℃) より 1~3℃ 低くし、泡が残らないように注意して栓をする。次に徐々に温度をあげ、温度計が規定の温度を示したとき、標線より上部の試料を側管から除き、側管にふたをする。次に外部をよくふいた後、質量 ($\#M_1$) を精密に量る。更に、同じ比重瓶で蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度 (t ℃) における質量 ($\#M_2$) を精密に量り、次式により比重 (d) を求める。

$$d = \frac{\#M_1 - \#M}{\#M_2 - \#M}$$

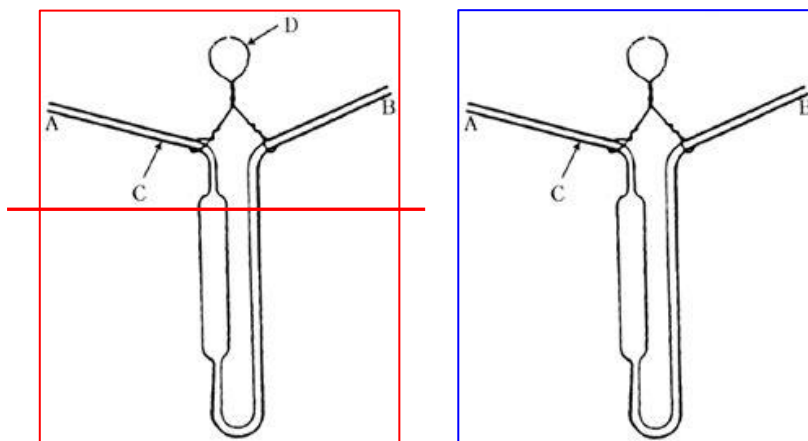
第 2 法 シュプレングル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレングル・オストワルドピクノメーター (図) は、通例、容量 1~10 mL で、両端は、肉厚細管となっており、その一方の細管 A には標線 C がある。~~これにひょう量るとき、化学はかりのかぎに掛けるように白金線 D (又はアルミニウム線などでもよい。) を付ける。~~

あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターの質量 ($\#M$) を精密に量る。次に規定温度より 3~5℃ 低くした試料中に標線のない方の細管 B を浸し、す。他方の細管 A にはゴム管又はすり合わせの

細管を付けて、泡が入らないように注意しながら試料を標線Cの上まで静かに吸い上げる。次に規定温度 (t' °C) に保った水浴中にピクノメーターを 15 分間浸した後、細管Bの端にろ紙片を当て、試料の端を標線Cと一致させる。次に水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量 (M_1) を精密に量る。更に同じピクノメーターで蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度 (t °C) における質量 (M_2) を精密に量り、次式により比重 (d'_t) を求める。

$$d'_t = \frac{M_1 - M}{M_2 - M}$$



第3法 浮きばかりによる測定法

規定温度用の浮きばかりで、要求される精度をもつものを用いる。浮きばかりは、エタノール (95) 又はジエチルエーテルで清浄にして用いる。

試料をよく振り混ぜ、泡がなくなってから浮きばかりを浮かべ、規定された温度において浮きばかりが静止したとき、メニスカスの上端で比重を読む。ただし、読み方が規定してある浮きばかりの場合にはその方法に従う。

第4法 振動式密度計による測定法

振動式密度比重計による比重の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 T (s) を測定することにより、試料の密度を求め、標準物質の質量から比重を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の二乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度 t' °C において 2 種類の標準物質 (密度 ρ_{S1} , ρ_{S2}) につき、それぞれの固有振動周期 T_{S1} 及び T_{S2} を測定し、試料セル定数 $K_{t'}$ ($g \cdot cm^{-3} s^{-2}$) を次式より定めておく必要がある。

$$K_{t'} = \frac{\rho'_{S1} - \rho'_{S2}}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度 t' °C における水の密度 ρ'_{S1} は別表より求め、乾燥空気の密度 ρ'_{S2} は次式より計算する。ただし乾燥空気の気圧を p kPa とする。

$$\rho'_{S2} = 0.0012932 \times \frac{273.15}{p} \times \frac{p}{p}$$

$$273.15 + t' \quad 101.325$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期 T_T を測定すれば、先に求めた標準物質の固有振動周期 T_{S1} 及び規定温度 t' °C における水の密度 $\rho_{S1}^{t'}$ を用い、次式より試料の密度 $\rho_T^{t'}$ を求めることができる。

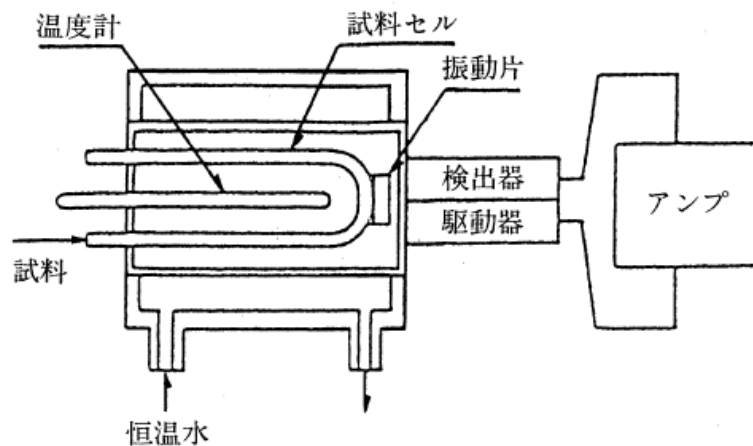
$$\rho_T^{t'} = \rho_{S1}^{t'} + K_{t'} \cdot (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度 t °C の水に対する試料の比重 $d_t^{t'}$ は、別表に示した温度 t °C の水の密度 ρ_{S1}^t を用いて次式より求められる。

$$d_t^{t'} = \frac{\rho_T^{t'}}{\rho_{S1}^t}$$

装 置

振動式密度比重計は、通例、内容積約 1 mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される。振動式密度比重計の試料セル室周辺の構造を図に示す。



操 作 法

試料セル、水及び試料を測定温度 t' °C にあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通気して十分に乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気を与える固有振動周期 T_{S2} を測定する。別に、測定場所の大気圧 p kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水を与える固有振動周期 T_{S1} を測定する。水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数 $K_{t'}$ を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期 T_T を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度 $\rho_{S1}^{t'}$ 並びに試料セル定数 $K_{t'}$ より、試料の密度 $\rho_T^{t'}$ を求める。また、~~必要があれば~~、温度 t °C の水に対する試料の比重 $d_t^{t'}$ は、表に示した水の密度 ρ_{S1}^t を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	温度 (°C)	密度 (g/cm ³)	温度 (°C)	密度 (g/cm ³)
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534
2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259

3435. 微生物限度試験法

微生物限度試験法は、試料中に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性試験及び定量試験に用いる。本試験法には、生菌数試験(細菌及び真菌)及び、真菌数試験、大腸菌群試験、大腸菌試験及びサルモネラ試験が含まれる。試験を行うに当たっては、外部からの微生物汚染が起こらないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する示し、試験結果に影響を及ぼすような場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段により可能な限りその影響を除去しなければならない。それぞれの原料又は製品の任意に選択した異なる数箇所から採取したものを混和し、て試料として、次に示す試験法により試験を行う。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、効果的な精度管理を確保するとともにバイオハザード防止に十分留意する。

1. 生菌数試験

本試験は、好氣的条件において増殖し得る中温性の細菌及び真菌を測定する試験である。本試験では、低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要求する菌等は、大量に存在していても陰性となる集落を形成しないことがある。本試験法には、~~メンブランフィルター法、寒天平板混釈法、寒天平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法(最確数法)の4つの方法がある。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を用いる。~~なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度及び精度を有する場合は、自動化した方法等の代替法の適用も可能である。細菌と真菌(かび及び酵母)では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法(最確数法)は細菌のみに用い得る試験法である。

試料液の調製

~~試料の溶解又は希釈には、リン酸緩衝液(pH7.2)、ペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用~~

~~いる。別に規定するもののほか、試料は10g又は10mlを使用する。次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液等で分散させたり、これと異なる量のもの試料を使用しなければならない場合がある。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤（例えば、0.1w/v%ポリソルベート80）を加えて乳化させてもよい。この場合45℃以下の温度であれば加温して乳化させてもよい。ただし、30分間以上試料を加温してはならない。試料液は、pH6～8に調整する。試料液はし、調製後1時間以内に使用しなければならない。~~

~~液状試料及び可溶性固形試料：10g又は10mlを量り、上記の緩衝液又は液体培地と混和して100mlとし、試料液とする。不溶性物質を含む液状試料の場合、混和直前によく振り、十分に均一化する。~~

~~不溶性固形試料：10gを量り、不溶性物質をできるだけ細かく摩砕して、上記の緩衝液又は液体培地中に分散させて100mlとし、試料液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤（例えば、0.1w/v%ポリソルベート80）を加えて乳化させてもよい。~~

~~脂質製品：脂質が主要な構成物質である半固形試料及び液状試料などは10g又は10mlを量り、ポリソルベート20又はポリソルベート80のような界面活性剤を用いて、上記の緩衝液又は液体培地中に乳化させて100mlとし、試料液とする。この場合45℃以下の温度であれば加温して乳化させてもよい。ただし、30分間以上試料を加温してはならない。~~

第1法 試料10gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液90mLと混合し、均一に分散させて試料液とする。

第2法 試料1.0gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液100mLと混合し、均一に分散させて試料液とする。

第3法 試料1.0g以上を量り、9倍量又は100倍量のリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液と混合し、均一に分散させて試料液とする。また、これらの試料液で試験法の適合性が得られない場合は、試料1.0gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液で200倍以上に希釈して適当な濃度としたものを試料液とするか、又は、下記の操作法の(2)メンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

操作法

別に規定するもののほか、次の(1)の方法を用いる。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためろ過が必要な場合は、別に規定するもののほか、下記の(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターを標準寒天培地の表面に置き、(1)の培養条件により試験を行う。

(1) 寒天平板混釈法

本試験法では、直径9～10cmのペトリ皿を、一希釈段階につきそれぞれ2枚以上使用する。1mLの試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ45℃以下に保温した標準寒天培地15～20mLを加えて混和する。寒天の固化後、35±1℃で48±2時間培養する。出現集落数を計測し、試料1g当たりの生菌数を算出する。多数の集落が出現するとき、一平板当たりの出現集落数が25～250の平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。

(4)(2) メンブランフィルター法

本試験法は、試料に抗菌性物質が含まれる場合にこれをろ過することにより除去して試験する方法である。メンブランフィルターは、孔径 0.45 μm 以下の適当な材質のものを使用する。メンブランフィルターの直径は約 50mm のものが望ましいが、異なる直径のものも使用できる。メンブランフィルター、フィルター装置、培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない。通例、20 mL の試料液を量り、2 枚のメンブランフィルターでそれぞれ 10 mL ずつろ過する。必要に応じて試料液を希釈してもよい。菌濃度が高い場合は、1 枚のメンブランフィルター当たりの出現集落数が 10~100 個の集落が出現する となるように希釈することが望ましい。試料液をろ過した後、各メンブランフィルターは、~~ペプトン食塩緩衝液、リン酸緩衝液又は使用する液体培地、0.1%ペプトン水、ペプトン食塩緩衝液~~などを洗浄液として用いて、3 回以上ろ過洗浄する。

1 回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約 100 mL とするが、メンブランフィルターの直径が約 50mm と異なる場合には、大きさに従って洗浄液の量を調整する。脂質を含む試料の場合には、洗浄液にポリソルベート 80 などを添加してもよい。~~ろ過後、細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地の、真菌の試験を行うときは、通常抗生物質を添加した、サブロー・ブドウ糖寒天培地、ポテト・デキストロース寒天培地又は GP 寒天培地のいずれかの表面にフィルターを置く。なお、水分活性の低い食品で発生しやすい好乾菌(乾燥した条件を好むかび)を対象とする場合には、真菌用の培地として M40Y 寒天培地、ジクロラン・グリセリン(DG18)寒天培地等を用いる。細菌の試験は 30~35°C で、真菌の試験は 20~25°C でそれぞれ少なくとも 5 日間培養後、集落数を計測する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を用いてもよい。~~

(2) ~~寒天平板混釈法~~

本試験法では、直径 9~10cm のペトリ皿を使用する。~~希釈段階につき 2 枚以上の寒天培地を使用する。1mL の試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ 45°C 以下に保温されて融けた状態にある滅菌した寒天培地 15~20mL を加えて混和する。寒天培地としては、細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を、真菌の検出を目的とする場合は、通常抗生物質を添加し、サブロー・ブドウ糖寒天培地、ポテト・デキストロース寒天培地又は GP 寒天培地のいずれかを使用する。なお、水分活性の低い食品で発生しやすい好乾菌(乾燥した条件を好むかび)を対象とする場合には、真菌用の培地として M40Y 寒天培地、ジクロラン・グリセリン(DG18)寒天培地等を用いる。寒天の固化後、細菌の試験は 30~35°C、真菌の試験は 20~25°C でそれぞれ少なくとも 5 日間培養する。多数の集落が出現するときは、細菌の場合は一平板当たり 300 個以下の集落を持つ平板から、真菌の場合は一平板当たり 100 個以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後 5 日以前の計測値を用いてもよい。~~

(3) ~~寒天平板表面塗抹法~~

本試験法は、固化させ表面を乾燥させた寒天培地上に 0.05~0.2mL の試料液を載せ、~~コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である。ペトリ皿、使用寒天培地、培養温度、培養時間、生菌数算出法等は、寒天平板混釈法と同様である。~~

(4) ~~液体培地段階希釈法(最確数法)~~

本試験法では、~~ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を 10mL 入れた試験管を 10 本使用する。試料液(試料 10 倍希釈液)を更に 10 倍段階希釈し、試料 100 倍及び 1000 倍希釈液を調製する。~~

~~各希釈段階において、10mlの培地が入った3本の試験管それぞれに1mlの試料希釈液を加える。10mlの培地が入った残りの1本の試験管は、対照として用いる。これらの試験管は30～35℃で5日間以上培養する。対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない。結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は、寒天培地又は液体培地に約0.1mlを移植し、30～35℃で24～72時間培養し、増殖の有無を判定する。表から1g又は1ml当たりの最確数を求める。~~

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

Escherichia coli (NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545), *Bacillus subtilis* (NBRC 3134, ATCC 6633, NCIMB 8054), *Staphylococcus aureus* subsp. aureus (NBRC 13276, ATCC 6538, NCIMB 9518), *Candida albicans* (NBRC 1594, ~~ATCC 2091,~~ ATCC 10231), ~~*Aspergillus niger*~~ *Aspergillus brasiliensis* (NBRC 9455, ATCC 16404) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。細菌はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ~~又は、~~ ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地又は標準寒天培地を用い、~~30～35±1℃~~ 30～35±1℃で18～24時間、*C. albicans*はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地、サブロー・ブドウ糖 ~~ブロス液体培地、~~ 又はサブロー・ブドウ糖寒天培地又はジクロラン・グリセリン寒天培地を用い、~~20～25±1℃~~ 20～25±1℃で2～3日間、~~*A. niger*~~ *A. brasiliensis*はサブロー・ブドウ糖寒天培地 ~~又は、~~ ポテト・デキストロース寒天培地又はジクロラン・グリセリン寒天培地を用い、~~20～25±1℃~~ 20～25±1℃で5～7日間、又は良好な孢子形成が認められるまで培養する。

培養液の培養した菌をそれぞれをペプトン食塩緩衝液又はリン酸緩衝液で希釈し、~~1ml当たり50～200個(*A. niger*は10～100個)前後の生菌を含む菌液適切な濃度の試験菌液~~ を調製する。
A. niger *A. brasiliensis*の孢子を懸濁する場合には、希釈液に0.05%のポリソルベート80を0.05%加えても良い。調製した菌液は2時間以内又は冷蔵保存した場合には24時間以内に使用する。また、*B. subtilis*や~~*A. niger*~~ *A. brasiliensis*は安定な孢子液を使用しても良い。~~使用する培地は、菌液を1ml接種し、指定された温度で5日間培養したときに、十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。試料存在下での菌数が試料非存在下での菌数の1/5以下の場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によってその影響を除去しなければならない。培地、希釈液の無菌性及び試験が無菌的に遂行されているかを検証するために、使用したペプトン食塩緩衝液又はリン酸緩衝液を対照とする。~~

(2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、操作法の項に従い、試料液の代わりに、1ml当たりの出現集落数が100以下となるように調製した試験菌液1mlを加えて混和し、35±1℃、46時間以内で培養するとき、十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。

(3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

一平板当たりの接種菌の出現集落数が100以下となるように、試験菌液を、試料液及び対照にそれぞれ加える。接種する試験菌液の量は試料液量の1%を超えてはならない。対照には、試料液の調製に用いたリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液を用いる。

試験菌株ごとに、操作法の項に従って試験を行い、35±1℃、46時間以内で培養後、菌数を測定する。試料液から回収された菌数と対照から回収された菌数とを比較する。試料存在下での菌数が

対照の菌数の1/2～2倍以内に無い場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度、及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

2. 真菌（酵母及びカビ）数試験

本試験は、好气的条件において増殖し得る中温性の真菌を測定する試験である。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度及び精度を有する場合は、自動化した方法等の代替法の適用も可能である。

試料液の調製

別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の試料液の調製の項に従って調製する。

操作法

本試験法では、直径9～10cmのペトリ皿を、一希釈段階につきそれぞれ2枚以上使用する。1mLの試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ45℃以下に保温したジクロラン・グリセリン寒天培地15～20mLを加えて混和する。寒天の固化後、25±1℃で5～7日間培養する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、5日間培養後の計測値を用いてもよい。出現集落数を計測し、試料1g当たりの真菌数を算出する。多数の集落が出現するときは、一平板当たりの出現集落数が10～150の平板から得られる計測結果を用いて真菌数を算出する。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためのろ過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターをジクロラン・グリセリン寒天培地の表面に置き、本操作法の培養条件により試験を行う。

培地の性能及び試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

Candida albicans (NBRC 1594, ATCC 10231), *Aspergillus brasiliensis* (NBRC 9455, ATCC 16404) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。各試験菌液は、1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(1)に従って調製する。

(2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、操作法の項に従い、試料液の代わりに、1mL当たりの出現集落数が100以下となるように調製した試験菌液1mLを加えて混和し、25±1℃、5日間以内で培養するとき、十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。

(3) 試験法の適合性

1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(3)に準じて行う。ただし、培養は25±1℃、5日間以内で行う。

2-3. 大腸菌群及び大腸菌試験

本試験は、大腸菌群 (Coliforms) 及び大腸菌 (*Escherichia coli*) を測定する試験である。本試験で検出の目的とする大腸菌群及び大腸菌は、最終製品だけではなく、原料、製造工程の中間体等における微生物汚染を評価する場合に重要であり、それらの中に存在することは好ましくない。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「大腸菌群は認めない。」とあるのは、大腸菌群の確認試験を行うとき、大腸菌群が陰性であることを示し、「大腸菌は認めない。」とあるのは、大腸菌の確認試験を行うとき、大腸菌が陰性であることを示す。

試料液の調製

~~別に規定するもののほか、生菌数試験の試料液の調製の項を適用する。試料の溶解又は希釈に液体培地を使用する場合は、別に規定するもののほか、乳糖ブイオン培地又はBGLB培地を使用する。~~

前培養液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。試料と混合した培地のpHは6～8に調整し、混合後1時間以内に培養しなければならない。

なお、試料中の抗菌性物質除去のための過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従って過洗浄したメンブランフィルターをラウリル硫酸ブイオン培地に入れ、pHを6～8に調整し、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。

第1法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第1法に従って調製した試料液10mLをラウリル硫酸ブイオン培地90mLと混合し、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。

第2法 試料1.0gをラウリル硫酸ブイオン培地100mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。

第3法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第1法に従って調製した試料液10mLをラウリル硫酸ブイオン培地90mLと混合し、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。なお、試料の量に限りがある(すなわち、1000g未満)の場合は、試料の量の1%(ただし、1.0g以上)を量り、9倍量のリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液と混合して均一に分散させて試料液とする。この液10mLをラウリル硫酸ブイオン培地90mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。また、これらの前培養液で試験法の適合性が得られない場合は、試料0.20gをラウリル硫酸ブイオン培地100mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行うか、又はメンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

試験の手順操作法

(1) 大腸菌群の確認試験

前培養液を軽く振った後、1白金耳量をとってBGLB培地に接種し、35±1℃で48±2時間培養する。培養後、ガス発生の有無を確認する。ガスの発生を認めない場合は大腸菌群陰性と判定する。ガスの発生を認めた場合は標準寒天平板培地に塗抹し、35±1℃で18～24時間培養した後、発育した集落についてグラム染色性を確認し、グラム陰性無芽胞桿菌である場合は大腸菌群陽性と判定する。

(2) 大腸菌の確認試験

~~試料液10mL(試料1g又は1mL相当量)を量り、乳糖ブイオン培地又はBGLB培地を加えて100mLとし、30～35℃で24～72時間培養する。増殖が観察された場合は、培養液を軽く振った後、白金耳等でとり、マッコンキー寒天培地上に塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。周囲に赤味がかかった沈降線の帯を持つ赤レンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は、大腸菌陰性と判定する。上記の特徴を持つ集落が検出された場合は、EMB寒天培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。EMB寒天培地上で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が観察されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌が疑われる集~~

~~落については、IMViC 試験(インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験)及び44.5℃での生育試験を行い、IMViC 試験のパターンが「++--」で44.5℃での生育が陽性の場合を大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である。~~

前培養液を軽く振った後、1白金耳量をとってEC培地に接種し、45.5±0.2℃で24±2時間培養する。培養後、ガス又は濁りの発生の有無を確認し、ガス及び濁りの発生を認めない場合は更に48±2時間まで培養を継続して再度判定する。再判定の結果、ガス及び濁りの発生を認めない場合は大腸菌陰性とする。ガス又は濁りの発生を認めた場合は、その試験管から1白金耳量をEMB寒天培地上に塗抹し、35±1℃で18~24時間培養する。EMB寒天培地上で中心部が暗色(金属光沢の有無は問わない)の集落が観察されない場合は大腸菌陰性と判定する。EMB寒天培地上で大腸菌が疑われる集落については、2個以上をそれぞれ標準寒天斜面培地に移植し、35±1℃で18~24時間培養した後、グラム染色性を確認する。また、ラウリル硫酸ブイオン培地に接種し、35±1℃で48±2時間培養した後、ガス発生の有無を確認する。グラム陽性の場合又はガスの発生を認めない場合は大腸菌陰性とする。ガスの発生を認めたグラム陰性菌についてIMViC 試験(インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験)を行い、IMViC 試験のパターンが「++--」の場合を大腸菌と判定する。また、IMViC 試験の代わりに、大腸菌迅速同定用キットを用いてもよい。

培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

~~試験には、Escherichia coli(NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545)又はこれらと同等の菌株を、乳糖ブイオン培地、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を用い、30~35℃で18~24時間培養して使用する。次に、ペプトン食塩緩衝液、リン酸緩衝液、乳糖ブイオン培地等を用いて、1ml当たり約1,000個の生菌を含む菌液を調製する。必要に応じて、約1,000個/mlの生菌を含む大腸菌の菌液0.1mlを混和して、試料の存在下及び非存在下において、培地の有効性、抗菌性物質の存在等を試験する。~~

再試験

~~不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、初回の2.5倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地などの量を増加させて行う。~~

培地の性能及び試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

Escherichia coli (NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。試験菌液は、1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(1)に従い、1mL当たりの出現集落数が1000以下となるように調製する。

(2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、上記の操作法に従い、試料液又は試料の代わりに、試験菌液0.1mLを加え、規定された最短培養期間で培養するとき、十分な増殖及び接種菌の回収が認められなければならない。このとき、BGLB培地及びラウリル硫酸ブイオン培地では、ガスの発生が認められなければならない。

(3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

試料液又は試料を混合したラウリル硫酸ブイオン培地、及び対照に、試験菌液 0.1mL をそれぞれ接種し、上記の前培養液の調製に準じて前培養を行う。接種する試験菌液の量は試料液量の 1% を超えてはならない。対照には、ラウリル硫酸ブイオン培地に試料液の調製に用いたリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液を混合したもの、又はラウリル硫酸ブイオン培地を用いる。

操作法の項に従って、規定された最短培養期間で試験する。試料の存在下において、対照と同様な試験菌の十分な発育が認められない場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度、及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

4. サルモネラ試験

本試験は、サルモネラ (*Salmonella*) を測定する試験である。本試験で検出の目的とするサルモネラは、最終製品だけではなく、原料、製造工程の中間体等における微生物汚染を評価する場合に重要であり、それらの中に存在することは好ましくない。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「サルモネラは認めない。」とあるのは、サルモネラが陰性であることを示す。

前培養液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。試料と混合した培地の pH は 6～8 に調整し、混合後 1 時間以内に培養しなければならない。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためろ過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターを乳糖ブイオン培地に入れ、pH を 6～8 に調整し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

第 1 法 試料 25 g を乳糖ブイオン培地 225mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

第 2 法 試料 25 g を乳糖ブイオン培地 225mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。なお、試料の量に限りがある(すなわち、2500 g 未満)の場合は、試料の量の 1% (ただし、1.0 g 以上) を量り、9 倍量の乳糖ブイオン培地(ただし、100mL 以上)と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。また、これらの前培養液で試験法の適合性が得られない場合は、試料 0.20 g を乳糖ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行うか、又は、メンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

操 作 法

(1) サルモネラ集落の確認

前培養液を軽く振った後、0.1mL をラポポート・バシリアジス液体培地 10mL に接種し、 $42 \pm 0.2^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養する。また、前培養液 1mL をテトラチオネート液体培地 10mL に接種し、 $43 \pm 0.2^\circ\text{C}$ (試料の菌量が多い場合) 又は $35 \pm 2^\circ\text{C}$ (試料の菌量が少ない場合) でそれぞれ 24 ± 2 時間培養する。培養後、それぞれの液体培地から亜硫酸ビスマス寒天培地、XLD 寒天培地及びへ

クトエン・エンテリック寒天培地上に塗抹し、 $35 \pm 2^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養する。それぞれの寒天培地上の定型的集落（下表参照）又はサルモネラが疑われる集落の有無を確認する。定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は、非定型的集落（下表参照）の有無を確認する。亜硫酸ビスマス寒天培地で 24 ± 2 時間培養しても定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は、更に 24 ± 2 時間追加培養する。いずれの培地上においても集落が認められない場合はサルモネラ陰性と判定する。

定型的又は非定型的なサルモネラ集落の形態学的特徴

選択培地	定型的集落の特徴	非定型的集落の特徴
亜硫酸ビスマス寒天培地	褐色，灰色，又は黒色を呈し，金属光沢が見られる場合がある。周辺の培地は，初めは通常褐色であるが，培養が進むと黒色になり，いわゆるハローを形成することがある。菌株によっては緑色を呈するが，周辺の培地が暗色になることはないか，又はほとんどない。	
XLD寒天培地	桃色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。多くは中央に大きな光沢のある黒色部分を有するか，又は黒色に見えることがある。	黄色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。
ヘクトエン・エンテリック寒天培地	青緑～青色を呈し，中央部は黒色又は黒色でない場合がある。多くは中央に大きな光沢のある黒色部分を有するか，又は黒色に見えることがある。	黄色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。

(2) 寒天半斜面培地による確認

定型的集落又はサルモネラが疑われる集落を2個以上釣菌し，それぞれTSI寒天培地及びLIA培地の高層部と斜面に接種し， $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養する。また，亜硫酸ビスマス寒天培地で合計 48 ± 2 時間培養，あるいは，XLD寒天培地又はHE寒天培地で 24 ± 2 時間培養しても，定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は，2個以上の非定型集落を釣菌し，それぞれTSI寒天培地及びLIA培地の高層部と斜面に接種し， $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養する。TSI寒天培地では，サルモネラが存在する場合，高層部は酸性（黄色）反応，斜面部はアルカリ（赤色）反応が認められ，硫化水素は産生される場合とされない場合がある。LIA培地では，サルモネラが存在する場合，試験管の高層部でアルカリ（紫色）反応が認められる。試験管の高層部が明らかに黄色になった場合に限り酸性（陰性）反応とみなす。ほとんどのサルモネラはLIA培地で硫化水素を産生する。

サルモネラの可能性がある結果が得られた場合は，キット使用を含む，更に詳細な生化学的試験と血清学的試験を併用することで，サルモネラの同定，型別試験を行うことが望ましい。

培地の性能及び試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

Salmonella enterica subsp. enterica serovar Typhimurium (ATCC 14028) 又は Salmonella enterica subsp. enterica serovar Abony (NBRC 100797, NCTC 6017) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。試験菌液は、1. 生菌数試験、培地の性能及び試験法の適合性の(1)に従い、1 mL当たりの出現集落数が1000以下となるように調製する。

(2) 培地の性能試験

試験に使用する各培地は、操作法の項に従い、試料の代わりに、試験菌液0.1mLを加え、規定された最短培養期間で培養するとき、十分な増殖及び接種菌の回収が認められなければならない。

(3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

試料を混合した乳糖ブイヨン培地、及び対照に、試験菌液0.1mLをそれぞれ接種する。接種する試験菌液の量は培地量の1%を超えてはならない。対照には、乳糖ブイヨン培地を用いる。

操作法の項に準じて試験を行い、規定された最短培養期間で試験する。試料の存在下において、対照と同様な試験菌の十分な発育が認められない場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度、及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

3.5. 緩衝液と培地

微生物限度試験用の緩衝液及び培地は次のものを用いる。他の培地でも、類似の栄養成分を含み、試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない。緩衝液及び培地に配合する試薬・試液は、微生物限度試験に適したものを用いる。また、以下の調製法において高圧蒸気滅菌を行う場合は、あらかじめ、混和した成分を、必要に応じて加熱又は煮沸し、均一に分散又は溶解しておく。

(1) 緩衝液

(i) リン酸緩衝液(pH7.2)

保存溶液：リン酸一カリウムリン酸二水素カリウム 34 g を水約 500mL に溶かす。水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 約 175mL を加え、pH7.1~7.3 に調整し、水を加えて 1,000mL とし、保存溶液とする。121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌後、冷所で保存する。用時、保存溶液この液を水で 800 倍に希釈し、121°C で 15~20 分間滅菌して用いる。

(ii) ペプトン食塩緩衝液(pH7.0)

ペプトン	1.0 g
リン酸一カリウムリン酸二水素カリウム	3.563.6 g
リン酸二ナトリウム	18.23g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2 g
塩化ナトリウム	4.30 g
ペプトン	1.0 g
水	1,000mL

全成分を混和し、121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH6.9~7.1 とする。0.1~1.0w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない。

(iii) 0.1% ペプトン水

ペプトン	1.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。

(2) 培地

(i) 標準寒天培地

トリプトン	5.0 g
酵母エキス	2.5 g
D (+) - グルコース	1.0 g
寒天	15.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.8～7.2とする。

~~(i) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地~~

カゼイン製ペプトン	15.0 g
ダイズ製ペプトン	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
水	1,000ml

~~全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH7.1～7.5。~~

(ii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

カゼイン製ペプトン <u>ペプトン (カゼイン製)</u>	17.0 g
ダイズ製ペプトン <u>ペプトン (ダイズ製)</u>	3.0 g
D (+) - グルコース	2.5 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
リン酸二カリウム	2.5 g
ブドウ糖	2.5 g
水	1,000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性pHはpH7.1～7.5とする。

(iii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地

ペプトン (カゼイン製)	15.0 g
ペプトン (ダイズ製)	5.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
寒天	15.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、1分間煮沸する。121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは7.1～7.5とする。

~~(iii) 抗生物質添加サブロー・ブドウ糖寒天培地~~

ペプトン(肉製品及びカゼイン製)	10.0g
ブドウ糖	40.0g

~~寒天 15.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH5.4～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10gとテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール0.050gを加えても差し支えない。~~

(iv) サブロー・ブドウ糖 ~~ブロス~~ 液体培地

ペプトン 10.0g

D (+) -グルコース 20.0g

~~ペプトン(肉製品及びカゼイン製) 10.0g~~

~~ブドウ糖 20.0g~~

水 1,000ml

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性-pHはpH5.4～5.8とする。

~~(v) 抗生物質添加ポテト・デキストロース寒天培地~~

~~ポテトエキス 4.0g~~

~~ブドウ糖 20.0g~~

~~寒天 15.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH5.4～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10g及びテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール0.050gを加えても差し支えない。~~

~~(vi) 抗生物質添加GP(グルコース・ペプトン)寒天培地~~

~~ブドウ糖 20.0g~~

~~酵母エキス 2.0g~~

~~硫酸マグネシウム 0.5g~~

~~ペプトン 5.0g~~

~~リン酸=カリウム 1.0g~~

~~寒天 15.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH5.6～5.8。使用直前に培地1L当たりベンジルペニシリンカリウム0.10g及びテトラサイクリン0.10gを滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地1L当たりクロラムフェニコール0.050gを加えても差し支えない。~~

~~(vii) M40Y寒天培地~~

~~麦芽エキス 20.0g~~

~~酵母エキス 2.5g~~

~~白糖 400.0g~~

~~寒天 20.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、加温溶解後 121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。~~

(v) サブロー・ブドウ糖寒天培地

ペプトン 10.0 g

D (+) - グルコース 40.0 g

寒天 15.0 g

水 1000ml

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 5.4～5.8 とする。

(vi) ジクロラン・グリセリン (DG18) 寒天培地

ペプトン 5.0 g

~~ブドウ糖~~ D (+) - グルコース 10.0 g

~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 1.0 g

硫酸マグネシウム七水和物 0.5 g

ジクロラン 2.0mg

~~グリセリン 220.0 g~~

~~寒天 15.0 g~~

クロラムフェニコール 0.10 g

寒天 15.0 g

水 1,000ml

グリセリン及びクロラムフェニコール以外の全成分を混和し、加温溶解後、グリセリン 220 g 及び 6ml のエタノールで溶解したクロラムフェニコールを添加し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性 pH は 5.4～5.8 とする。

~~(ix) 乳糖ブイヨン培地~~

~~肉エキス 3.0g~~

~~ゼラチン製ペプトン 5.0g~~

~~乳糖 5.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性は pH₆.7～7.1。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。~~

(vii) ポテト・デキストロース寒天培地

ジャガイモ浸出液 200ml

D (+) - グルコース 20.0 g

寒天 20.0 g

水 1000ml

全成分を混和し、121℃で 15～20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 5.4～5.8 とする。

(viii) ラウリル硫酸ブイヨン培地

トリプトース又はトリプチケース 20.0 g

ラクトース 5.0 g

リン酸水素二カリウム 2.75 g

リン酸二水素カリウム 2.75 g

<u>塩化ナトリウム</u>	<u>5.0 g</u>
<u>ラウリル硫酸ナトリウム</u>	<u>0.1 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。ガス発生の確認に用いる場合は発酵管を入れて滅菌する。滅菌後のpHは6.6～7.0とする。

(ix) BGLB (ブリリアントグリーン・ラクトース・バイル) 培地

<u>ペプトン</u>	<u>10.0 g</u>
<u>乳糖ラクトース</u>	<u>10.0 g</u>
<u>乾燥ウシ胆汁末</u>	<u>20.0 g</u>
<u>ブリリアントグリーン</u>	<u>0.0133g13.3mg</u>
<u>水</u>	<u>1,000mL</u>

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性pHはpH7.0～7.4とする。

~~(xi) マッコノキー寒天培地~~

ゼラチン製ペプトン	17.0g
カゼイン製ペプトン	1.5g
肉製ペプトン	1.5g
乳糖	10.0g
デソキシコール酸ナトリウム	1.5g
塩化ナトリウム	5.0g
寒天	13.5g
ニュートラルレッド	0.03g
クリスタルバイオレット	1.0mg
水	1,000ml

~~全成分を混和し、1分間煮沸し、混和した後、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH_{6.9}～7.3。~~

(x) EC培地

<u>トリプトース又はトリプチケース</u>	<u>20.0 g</u>
<u>ラクトース</u>	<u>5.0 g</u>
<u>胆汁酸塩</u>	<u>1.5 g</u>
<u>リン酸水素二カリウム</u>	<u>4.0 g</u>
<u>リン酸二水素カリウム</u>	<u>1.5 g</u>
<u>塩化ナトリウム</u>	<u>5.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000 mL</u>

全成分を混和し、発酵管を入れて121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.7～7.1とする。

(xi) EMB (エオシン・メチレンブルー) 寒天培地

ゼラチン製ペプトン	10.0 g
<u>ラクトース</u>	<u>10.0 g</u>
リン酸二カリウム <u>リン酸水素二カリウム</u>	<u>2.0 g</u>

乳糖	10.0g
寒天	15.0g
エオシン Y	0.40 g
メチレンブルー	0.065g 65mg
寒天	15.0 g
水	1,000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。50℃に冷却後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。滅菌後の液性 pH は pH6.9～7.3 とする。

(xii) 乳糖ブイヨン培地

ペプトン	5.0 g
肉エキス	3.0 g
ラクトース	5.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 6.7～7.1 とする。

(xiii) ラパポート・バシリアジス液体培地

トリプトン	5.0 g
リン酸二水素カリウム	1.6 g
塩化ナトリウム	8.0 g
水	1000mL

全成分を混和した液に、更に、塩化マグネシウム六水和物 400 g と水 1000mL を混合した溶液及びマラカイトグリーンシュウ酸塩 400mg と水 100mL を混合した溶液をそれぞれ 100mL 及び 10mL 加えて混和し、115℃で15分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 5.3～5.7 とする。

(xiv) テトラチオネート液体培地

ポリペプトン	5.0 g
胆汁酸塩	1.0 g
炭酸カルシウム	10.0 g
チオ硫酸ナトリウム五水和物	30.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して均一な懸濁液とした後、45℃以下に冷却する。高圧蒸気滅菌をしてはならない。懸濁液の pH は 8.2～8.6 とする。

使用当日に、水 20mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える。更にブリリアントグリーン 0.1 g と水 100mL を混合して滅菌した溶液 10mL を加え、混和する。その後は培地に熱を加えてはならない。

(xv) 亜硫酸ビスマス (BS) 寒天培地

ポリペプトン (又はペプトン)	10.0 g
肉エキス	5.0 g
D (+) - グルコース	5.0 g
リン酸水素二ナトリウム	4.0 g
硫酸鉄 (II)	0.3 g
亜硫酸ビスマス・インジケーター	8.0 g

ブリリアントグリーン	25mg
寒天	20.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、煮沸して均一な懸濁液とした後、50℃に冷却する。高圧蒸気滅菌をしてはならない。この液の pH は 7.5～7.9 とする。冷却後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。

(xvi) X L D (キシロース・リシン・デオキシコール酸) 寒天培地

酵母エキス	3.0 g
L-リシン	5.0 g
D-キシロース	3.75 g
スクロース	7.5 g
ラクトース	7.5 g
デオキシコール酸ナトリウム	2.5 g
クエン酸鉄 (III) アンモニウム	0.8 g
チオ硫酸ナトリウム	6.8 g
塩化ナトリウム	5.0 g
フェノールレッド	80mg
寒天	15.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して溶かす。高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。溶解後の pH は 7.2～7.6 とする。50℃に冷却した後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。

(xvii) ヘクトエン・エンテリック (HE) 寒天培地

ペプトン	12.0 g
酵母エキス	3.0 g
スクロース	12.0 g
ラクトース	12.0 g
胆汁酸塩	9.0 g
クエン酸鉄 (III) アンモニウム	1.5 g
チオ硫酸ナトリウム	5.0 g
酸性フクシン	0.1 g
サリシン	2.0 g
塩化ナトリウム	5.0 g
ブロモチモールブルー	64mg
寒天	13.5 g
水	1000mL

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して溶かす (1分以上煮沸しない)。過剰な加熱は避ける。溶解後の pH は 7.4～7.8 とする。50℃に冷却した後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。

(xviii) T S I (トリプル・シュガー・アイアン) 寒天培地

ポリペプトン	20.0 g
D (+) - グルコース	1.0 g
スクロース	10.0 g
ラクトース	10.0 g
硫酸アンモニウム鉄(II)六水和物	0.2 g
チオ硫酸ナトリウム	0.2 g
塩化ナトリウム	5.0 g
フェノールレッド	25mg
寒天	13.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、試験管に分注して 118℃で 15～20 分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 7.1～7.5 とする。半斜面培地として使用する。なお、上記の組み合わせに加えて、肉エキス及び酵母エキス各 3.0 g を含むものを使用しても差し支えない。ただし、この場合の高压蒸気滅菌温度は 121℃とする。

(xiv) L I A (リシン鉄寒天) 培地

ペプトン	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
D (+) - グルコース	1.0 g
L - リシン塩酸塩	10.0 g
クエン酸鉄 (III) アンモニウム	0.5 g
チオ硫酸ナトリウム	40mg
プロモクレゾールパープル	20mg
寒天	12.5 g
水	1000mL

全成分を混和し、試験管に分注して 121℃で 12～15 分間高压蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 6.5～6.9 とする。半斜面培地として使用する。

~~35. 比旋光度測定法~~ 22. 旋光度測定法 →名称変更のため 22.へ移動

36. ヒ素試験法

ヒ素試験法は、~~試料添加物~~中に混在するヒ素の許容される限量を試験する方法である。~~その量は、三酸化ヒ素 (As₂O₃) の量として表す。~~

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As₂O₃として ~~4.0~~3 μg / g 以下 (~~0.500~~0.25 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B A)」とあるのは、本品 ~~0.250~~0.50 g を量り、試料とし、第 1 法により検液を調製し、標準色の調製にヒ素標準液 3.0mL を用い、装置 B A を用いる方法により試験を行うとき、ヒ素が、As₂O₃として 3.40 μg / g 以下であることを示す。

装 置 A

概略は、図 1 による。

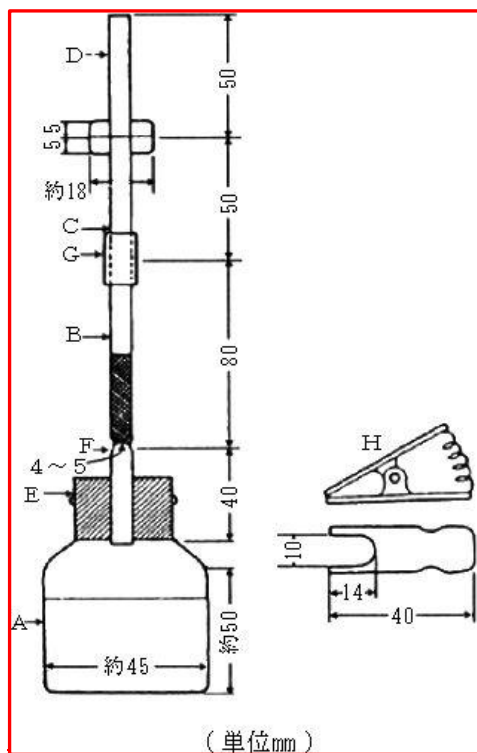


図 1

A : 発生瓶 (容量約 60ml で、40ml の標線があるもの)

B : 内径約 6.5mm のガラス管

C 及び D : 接続部が内径 6.5mm、外径約 18mm で、すり合わせとなっているガラス管で、接続部の内縁と外縁が同心円をなしているもの

E : ゴム栓

F : ガラス管 B に付けたへこみで、ガラス繊維を支える。

G : ゴム管

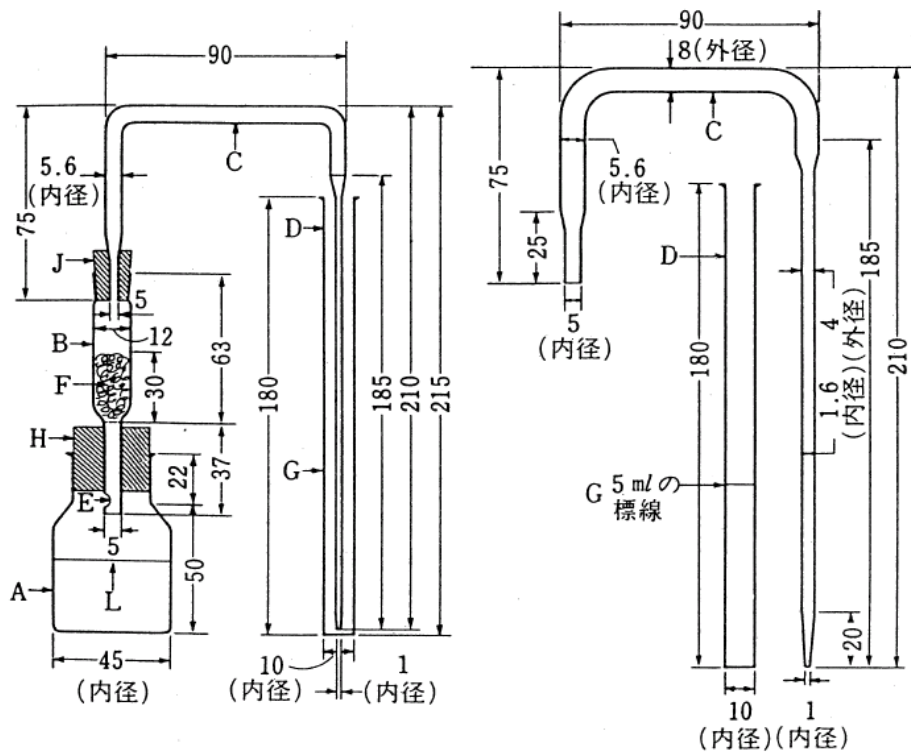
H : クリップ

ガラス管 B にはガラス繊維を F 部から約 30mm の高さまで詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量の混液で均等に潤し、管の下端から静かに吸引してガラス繊維及び器壁から過量の液を除いておく。

使用の直前、ガラス管 C 及び D の接続部に臭化第二水銀紙を挟み、クリップ H で両管を固定する。

装 置 B

概略は、図 2-1 による。



(単位 mm)

図 21

- A : 発生瓶 (肩までの容量約 70mL)
- B : 排気管
- C : ガラス管 (内径 5.6mm , 吸気管に入れる部分は先端を内径 1mm に引き伸ばす。)
- D : 吸気管 (内径 10mm)
- E : 小孔
- F : ガラス繊維 (約 0.2g)
- G : 5mL の標線
- H及びJ : ゴム栓
- L : 40mL の標線

排気管 B に約 30mm の高さにはガラス繊維 F を詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直に差し込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突きでるようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。

装置 C

概略は、図 22 による。

- A : 定量ポンプ
- B_1, B_2 : ミクシングジョイント
- C : 反応管
- D : 圧力計

E：流量計

F：気液セパレータ

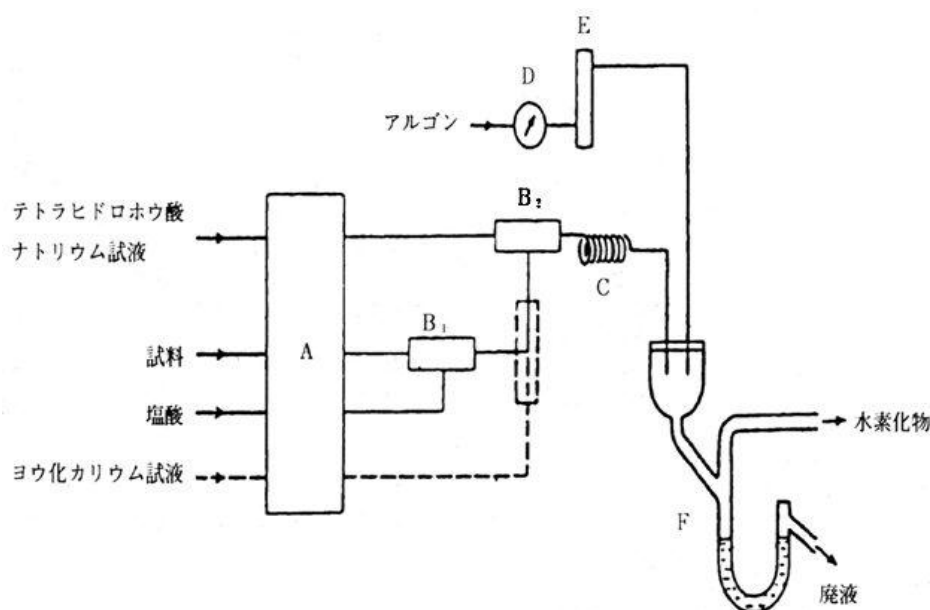


図 3.2

操作法

(1) 検液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、水 5 mL を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加える。ただし、無機酸の場合には硫酸を加えない。これに亜硫酸水 10 mL を加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約 2 mL となるまで蒸発し、水を加えて 5 mL とし、検液とする。

第3法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) で潤し、再び強熱して 450～550℃ で灰化する同様の操作を繰り返し、灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温加熱して溶かし、検液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) で潤し、再び強熱して、450～550℃ で灰化する同様の操作を繰り返し、灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温加熱して溶かし、検液とする。

第5法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸

マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) で潤し、同様の操作を繰り返し、灰化する。なお炭化物が残るときは、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、検液とする。なお、残留物が塩酸に溶けない場合は、水 10 mL を加えて懸濁し、冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 3 mL ずつを用いて 2 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 5 mL で洗い、検液とする。

(2) 試 験

別に規定するもののほか、次の方法による。

- (i) ~~装置 A を用いる方法~~ 検液を発生瓶に入れ、~~ブロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸 (1→4) で中和し、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、2～3 分間放置した後、酸性塩化第一スズ (II) 試液 5 mL を加えて 10 分間放置する。次に水を加えて 40 mL とし、無ヒ素亜鉛 2 g を加え、直ちにガラス管 B、C 及び D を付けたゴム栓 E を施し、25°C の水中に発生瓶の肩まで浸し、1 時間放置した後、直ちに臭化第二水銀紙の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。~~

~~標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、ヒ素標準液 1.0 mL を量り、発生瓶に入れ、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して得た臭化第二水銀紙の呈色を標準色とする。~~

- ~~(ii) 装置 B を用いる方法~~ 検液を発生瓶に入れ、ブロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸 (1→4) で中和し、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、2～3 分間放置した後、装置 A を用いる方法と同様に操作し、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) 5 mL を加えて室温で 10 分間放置したのち後、次に水を加えて 40 mL とし、無ヒ素亜鉛ヒ素分析用亜鉛 2 g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶に付ける。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5 mL を入れた吸接管 D の底に達するように入れておく。次に発生瓶は 25°C の水中に肩まで浸し、1 時間放置する。吸接管をはずし、必要があればピリジンを加えて 5 mL とし、吸収液の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。

標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、う。別に規定するもののほか、別に規定する量のヒ素標準液 2.0 mL を正確に量り、発生瓶に入れ、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加えて 2～3 分間放置した後、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) 5 mL を加え、室温で 10 分間放置する。以下検液の場合と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。

- ~~(iii)~~ (ii) 装置 C を用いる方法 別に規定するもののほか、検液及び成分規格・保存基準各条に規定する方法で調製した比較液 4 mL に塩酸 1 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、水浴上 70°C で 4 分間加温した後、水を加えて 20 mL とする。装置にアルゴンを流しながら、これらの溶液及び適当な濃度の塩酸 (1～6 mol/L)、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、定量ポンプ A を用いてそれぞれ 1～10 mL/分の適当な流量で連続的に装置内に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素ヒ化水素を発生させる。なお、ヨウ化カリウム溶液 (1→10) を定量ポンプで連続的に装置内に導入する方式にあっては、検液及び比較液を直接又は水で適当な濃度に希釈後、これらの溶液及び適当な濃度の塩酸 (1～6 mol/L)、ヨウ化カリウム溶液 (1→10)、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、上と同様な操作で装置に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素ヒ化水素を発生させる。発生した水素化ヒ素ヒ化水素と廃液を気液セパレータ F で分離した後、水素化ヒ素ヒ化水素を含む気体を加熱吸収セルを取り付けた原子吸光度測定装置に導入し、波長 193.7 nm の指示値を読むにおける吸光度を測定するとき、その値検液の吸光度は、比較液のもの吸光度より大きくない。

~~ただし、比較液の調製は、検液の試験と同時にを行い、別に規定する量のヒ素標準液を用いて、検液の場合と同様に操作して行う。~~

操作上の注意

- (1) 試験に用いる器具・試薬及び試液は、ヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要があれば空試験を行う。
- (2) ~~装置 A を用いる場合は発生ガスが漏れないように、臭化第二水銀紙を挟むすり合わせ部は、緊密につなぐ。~~
- (3) ~~装置 A を用いる場合は臭化第二水銀紙の呈色は、光、熱、湿気などによって退色するので、比色は、速やかに行う。デシケーター中に光を遮っておけば、しばらく保存することができる。~~
- (4) ~~装置 C を用いる場合は、装置により試料、検液及び比較液に加える塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液、~~ヨウ化カリウム溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液及び比較液、塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液及びヨウ化カリウム溶液の流量や、濃度が異なる場合もある。~~塩酸及びヨウ化カリウム溶液の濃度は異なり、更にテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液とは異なる濃度のテトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液を使用する場合もある。~~

3637. 沸点測定法及び蒸留試験法

沸点測定及び蒸留試験は、別に規定するもののほか、次の第1法又は第2法による。

沸点は、別に規定するもののほか、最初の留液5滴を留出したときを最低とし、蒸留フラスコ中の液が少なくなり、十分な蒸発量が得られなくなる直前の温度を最高とする。

また、蒸留試験は、規定の温度範囲の留分の容量を量るものである。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「55.5～57.0℃（第1法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験法中の第1法により測定するとき、その沸点が、55.5～57.0℃であることを示す。また、「64～70℃で95vol%以上を留出する。（第2法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験法中の第2法により測定するとき、64～70℃で95vol%以上を留出することを示す。

第1法

この方法は、規定の温度範囲が5℃未満のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験に用いる。

装 置

概略は、次の図による。

A：硬質ガラス製蒸留フラスコ（容量50～60mL）

B：浸線付温度計（棒状）

C：浸線

D：栓

E：冷却器

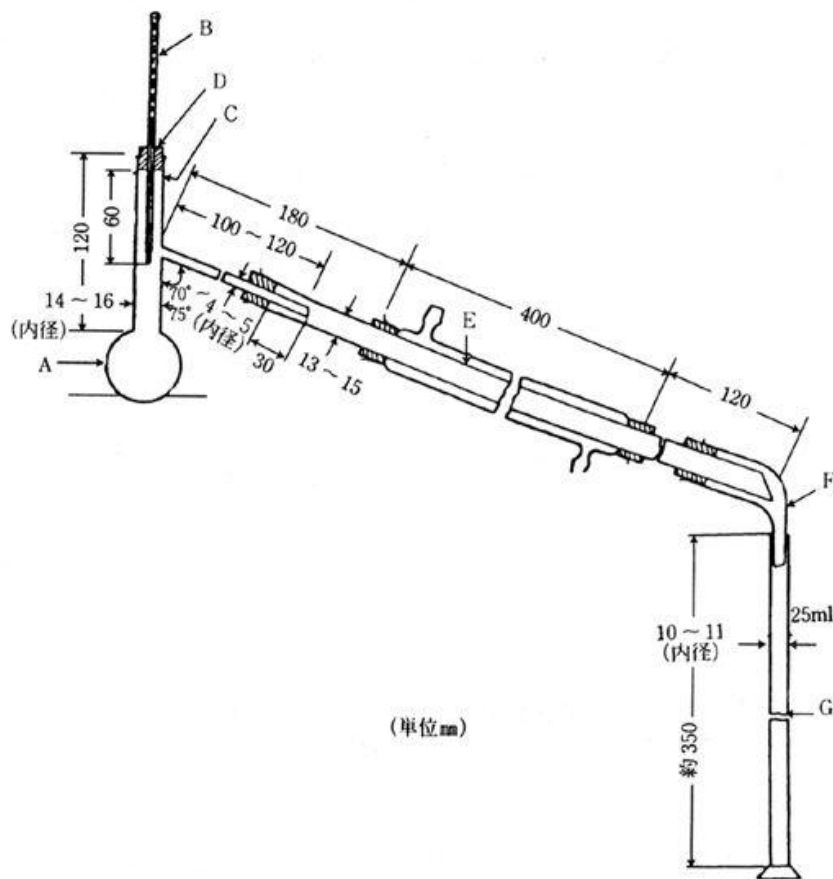
F：アダプター

G：メスシリンダー（25mL，0.1mLの目盛りのあるもの）

ガラス器具類は、よく乾燥したものを用いる。浸線付温度計Bは、浸線Cが栓Dの下端にくるように、また水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け、蒸留フラスコAに冷却器Eを連結し、EにはアダプターFを接続し、Fの先端は、受器のメスシリンダーGの口にわずかに空気が流通す

るようにして差し込む。

Aには沸騰石又は毛細管を入れ、Aを覆う高さの風よけを付け、適当な熱源を用いてAを加熱する。ただし、直火で加熱するときは、Aをセラミックセラミックス板（150mm×150mmの金網に厚さ6mmのセラミックセラミックスを固着し、中央部に直径30mmの円形の穴を開けたもの）の穴に載せて加熱する。



操作法

あらかじめ液温を測定した試料 25mL を G を用いて量り、A に入れ、G は、洗わずにそのまま受器として用いる。装置が整ったならば、E に水を通し、A を加熱し、約 10 分で留出を始め、別に規定するもののほか、測定温度 200℃ 未満のものは 1 分間 4～5 mL、200℃ 以上のものは 1 分間 3～4 mL の留出速度で蒸留し、留液の温度を初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

80℃ 以下で蒸留し始める液では、あらかじめ試料を 10～15℃ に冷却してその容量を量り、蒸留中は G の上部から 25mm 以下を氷冷する。

気圧に対する温度の補正は、0.36kPa につき 0.1℃ とし、気圧 101kPa 未満のときはこれを加え、101kPa を超えるときはこれを減じる。

第2法

この方法は、規定の温度範囲が 5℃ 以上のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験に用いる。

装置

第1法と同様の装置を用いる。ただし、蒸留フラスコ A は容量 200mL、首の内径 18～24mm で内径 5～6mm の留出管が付いているものを用いる。また、直火で加熱するとき用いるセラミックセラミックス板は、中央部に直径 50mm の円形の穴を開けたものとする。

また、受器に用いるメスシリンダー G は、100mL で、1 mL の目盛りのあるものとする。

操作法

あらかじめ液温を測定した試料 100mL を 1mL の目盛りのある G を用いて量り、第 1 法と同様に操作する。

3738. メトキシ基定量法

メトキシ基定量法は、試料にヨウ化水素酸を加えて加熱し、生じるヨウ化メチルを臭素で酸化し、生じたヨウ素酸をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定してメトキシ基を定量する方法である。

装置

概略は、次の図による。

- A : 分解フラスコ
- B : ガス導入管
- C : すり合わせ連結部
- D : 空冷部
- E : ガス洗浄部
- F : ガラス栓
- G : 球面すり合わせ連結部
- H : ガス導管
- J : 吸収管
- K : 排ガス管

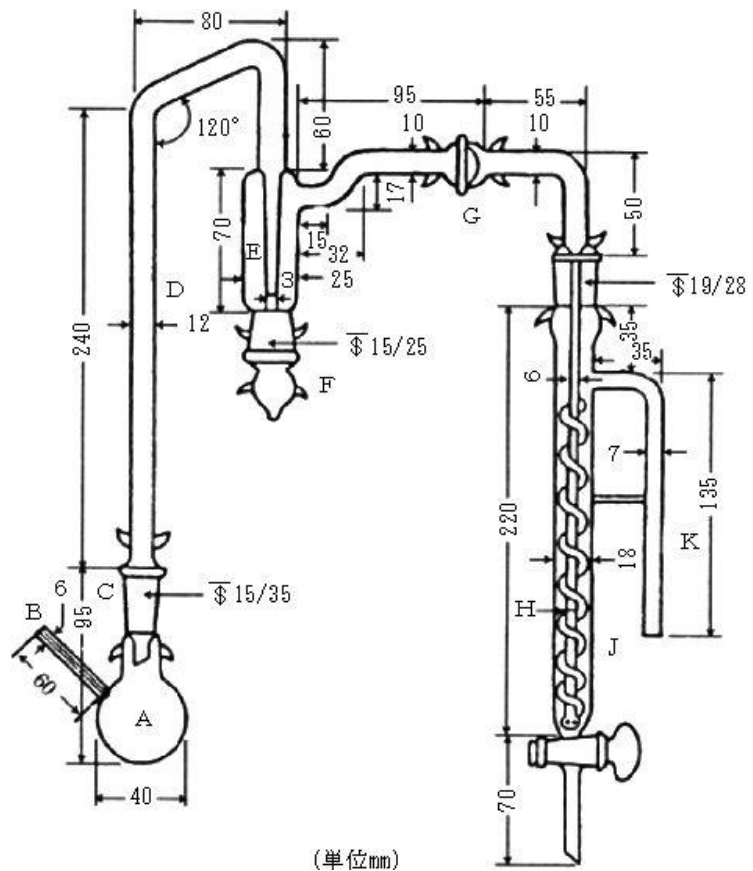
洗浄液及び吸収液の調製

洗浄液 赤リン 1 g を量り、水 100mL に懸濁させる。

吸収液 酢酸カリウム 15 g を量り、酢酸/無水酢酸混液 (9 : 1) 150mL を加えて溶かし、この液 145mL を量り、臭素 5 mL を加える。用時調製する。

操作法

ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また吸収管 J に吸収液約 20mL を入れる。メトキシ基 ($\text{CH}_3\text{O} : 31.03$) として約 6.5mg に対応する量の試料を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石及びヨウ化水素酸約 6 mL を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なグリース (シリコーン油) を付けて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調整する。A を油浴に浸し、浴の温度が 20~30 分後に 150°C になるように加熱し、更に A 内の液を 60 分間煮沸する沸騰させる。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を、あらかじめ酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 5) 10mL を入れた 500mL の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約 200mL とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に 1 mL



を加える。次にヨウ化カリウム 3 g 及び硫酸 (1 → 20) 15mL を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 0.5172mg $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$

3839. 融点測定法

融点とは、次の方法により測定するとき、固体がその温度又は温度の範囲内で完全に融解する温度をいう。比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により、水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により測定する。

測定は、別に規定するもののほか、第 1 法により行う。~~測定の便宜上、固体物質を次の 2 種類に分ける。~~

~~第 1 種物質 粉末にしやすいもの~~

~~第 2 種物質 脂肪、脂肪酸、パラフィン、ろう等のような粉末にしにくいもの~~

第 1 法 (1) 第 1 種物質の場合

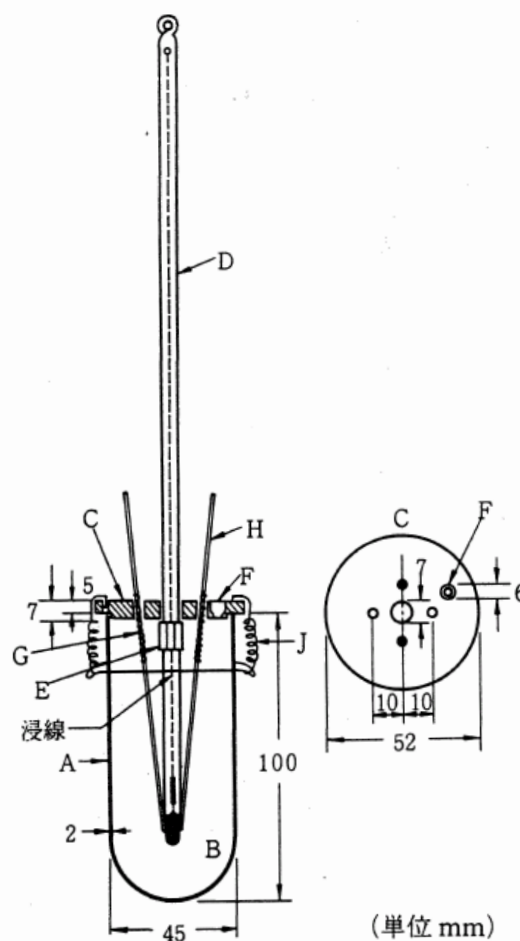
通例、粉末にしやすいものに適用する。

装置

概略は、次の図による。

- A : 加熱容器 (硬質ガラス製)
- B : 浴液 (常温における動粘度 $50 \sim 100 \text{mm}^2/\text{s}$ の澄明なシリコーン油を用いる。)
- C : テフロン製ふた
- D : 浸線付温度計 (棒状、融点が 50°C 未満のときは 1 号、 40°C 以上 100°C 未満のときは 2 号、 90°C 以上 150°C 未満のときは 3 号、 140°C 以上 200°C 未満のときは 4 号、 190°C 以上 250°C 未満のときは 5 号、 240°C 以上 320°C 未満のときは 6 号を用いる。)
- E : 温度計固定ばね
- F : 浴液量加減用小孔
- G : コイルスプリング
- H : 毛細管 (内径 $0.8 \sim 1.2 \text{mm}$ 、長さ 120mm 、壁の厚さ $0.2 \sim 0.3 \text{mm}$ で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。)
- J : テフロン製ふた固定ばね

操作法



試料を微細な粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーターで約 24 時間乾燥する。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものを用いるする。

次に、この試料を毛細管 H に入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた約 70cm のガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、厚さ 2.5～3.5mm の層となるようにできるだけ堅く詰めする。成分規格・保存基準各条などに（封管中）とある場合は、開いている方の一端を閉じる。また（減圧封管中）とある場合は、開いている方の一端から、減圧（0.67kPa 以下）にしながら開いている方の一端を弱く加熱して閉じる。

浴液 B を加熱して予想される融点の約 10℃以下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計 D の浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試料を入れた H をコイルスプリング G に差し込み、試料を詰めた部分が D の水銀球の中央にくるようにする。次に 1 分間に約 3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想される融点より約 5℃低い温度から 1 分間に 1℃上昇するように加熱を続ける。

H の内壁と試料との接触部にわずかに浸潤又は崩壊を認めたときの温度を融解し始めの温度とし、試料が完全に融解して透明となったときの温度を融解し終わりの温度とし、融解し終わりの温度を融点とする。

第 2 法(2) — 第 2 種物質の場合

脂肪、脂肪酸、パラフィン、ろう等のような粉末にしにくいものに適用する。

操作法

試料をできるだけ低温で融解し、これを、泡が入らないようにして両端の開いた毛細管（第 1 法で規定したものと同様なもので、種物質の場合の装置で両端を開いたもの）中に吸い上げて約 10mm の高さとする。この毛細管から試料が流出しないように保ち、を約 10℃以下で約 24 時間放置するか、少なくとも 2 時間氷冷した後、試料の位置が水銀球の中央外側になるようにゴム輪で温度計に取り付け、これを水を入れたビーカーに入れ、試料の上端を水面下約 10mm の位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想される融点より約 5℃低い温度に達した後は、2 分間に 1℃ずつ上昇するように加熱する。H 中で試料が浮上するときの温度を融点とする。

3940. 誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法

誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ(ICP)により原子化し、及び気化励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度を測定することにより定量分析を、また、波長をから被検元素同定量(濃度)を測定することにより定性分析を行う方法である。

装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部、及び表示記録データ処理部及び制御システム部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させる発光部を維持するための電気エネルギーを供給し制御する電源回路及び、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部は発光部に試料を導入するための部分で、ネブライザー、スプレーチャンバー及び噴霧室ドレントラップからなる。発光部は、検液中の被検元素を励起・発光させるための部分で、トーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。トーチは三重管からなり、中心の管から検液が導入される。

プラズマを形成するためのガスにはアルゴンを用いる。発光部からの光の観測方式には、プラズマの側面の光を観測する横方向観測方式とプラズマの中心の光を観測する軸方向観測方式がある。分光測光部は発光部から放射された光を効率よく分光部に導く集光系計、スペクトルを分離する回折格子等の分光器及び検出器からなる。分光器には、波長走査形分光器（モノクロメーター）と波長固定型の同時測定形分光器（ポリクロメーター）がある。なお、190nm以下の真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合、分光器内は、真空排気を行うか、アルゴン又は窒素により、空気を置換する必要がある。データ処理部は、データ処理を行い、検量線及び測定結果等を表示する。制御システム部は、最適な条件下で装置を使用するために、ガス流量、トーチ測光位置、励起源部の電力等を制御する。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。方式として、波長走査形分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査形分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを生成点灯する。水銀ランプの発光線装置に指示された方法を用いて分光器の波長校正を行う。

別に規定する方法で調製した検液、標準液又は比較液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

定量は、通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

- (1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その発光強度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した検液の発光強度を測定した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。
- (2) 標準添加法 同量の検液3個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、発光強度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。
- (3) 内標準法 内標準元素の一定量に対して標準被検元素を段階的に加えた標準液を数種類調製する。それぞれの液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による発光強度及び内標準元素による発光強度を同一条件で測定し、標準被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度の比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度の比をとり、検量線を作成する。次に、標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬・試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる。

4041. 油脂類試験法

油脂類試験法は、香料以外の脂肪酸、高級脂肪族アルコール類、脂肪酸のエステル類などの油脂類のエステル価、けん化価、酸価、水酸基価及びヨウ素価を測定する方法である。

1. エステル価

エステル価とは、試料 1 g 中のエステルをけん化するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「125～164 (油脂類試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、エステル価が、125～164であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、けん化価及び酸価を測定し、次式によりエステル価を求める。

$$\text{エステル価} = \text{けん化価} - \text{酸価}$$

2. けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約 1 g を精密に量り、三角フラスコに入れ、エタノール (95) 40mL を加え、必要があれば加温して溶かし、~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 3.5w/v %水酸化カリウム・エタノール試液 20mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間、時々フラスコを振り混ぜながら加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5mol/L 塩酸で滴定する。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。別に空試験を行い、次式によりけん化価を求める。

$$(a-b) \times 28.05$$

$$\text{けん化価} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a：空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b：本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

3. 酸 価

酸価とは、試料 1 g を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「15 以下 (油脂類試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、酸価が、15 以下であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の酸価に応じて表の試料の採取量を精密に量り、エタノール (95) / ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 50mL を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。冷後、フェノールフタレイン試液 数 2～3 滴を加え、~~0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 で 30 秒間持続する 紅淡赤 色を呈するまで滴定し、次式により酸価を求める。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。使用する溶媒は、あらかじめ使用前にフェノールフタレイン試液 2～3 滴を指示薬として 30 秒間持続する 淡赤紅 色を呈するまで ~~0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 を加える。

$$\text{酸価} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

表

酸価	試料の採取量
5 未満	10 g
5 以上 15 未満	5 g
15 以上 50 未満	3 g
50 以上 120 未満	1 g
120 以上	0.5 g

4. 水酸基価

水酸基価とは、試料 1 g を次の条件でアセチル化するとき、水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

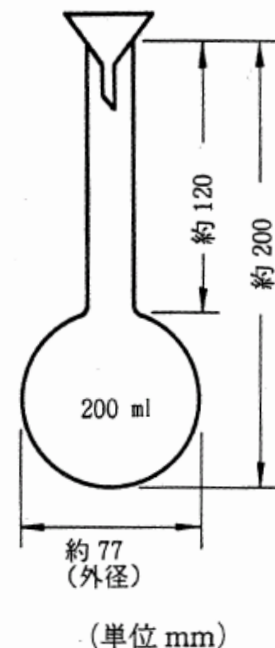
以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「155～187 (油脂類試験法) ただし、酸価は 0 とみなす。」とあるのは、次の方法によるとき、酸価は 0 とみなして ~~た~~ ~~と~~ ~~き~~ 水酸基価が 155～187 であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約 1 g を精密に量り、図のようなに示す丸底フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を正確に量って加え、フラスコの口に小漏斗を載せ、95～100℃の油浴中に底部を約 1 cm 浸して 1 時間加熱する。冷後、水 1 mL を加えてよく振り混ぜ、更に 10 分間加熱し、冷後、漏斗及びフラスコの首部をエタノール (95) 5 mL で洗い込み、過量の酢酸を ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL)。別に空試験を行い、次式により水酸基価を求める。

$$\text{水酸基価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}} + \text{酸価}$$



- ただし、 a : 空試験における ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (mL)
- b : 本試験における ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (mL)

5. ヨウ素価

ヨウ素価とは、次の条件で測定するとき、試料 100 g に吸収されるハロゲンの量をヨウ素 (I) に換算した g 数である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料のヨウ素価に応じて、表の試料の採取量を小ガラス容器に正確精密に量り、500mLの共栓三角フラスコ中に容器と共に入れ、シクロヘキサン 20mLを加えて溶かし、正確にウイス試液 25mLを加え、よく混和する。密栓して遮光し、20~30℃で30分間（ヨウ素価が100以上のときは1時間）時々振り混ぜて放置する。次にヨウ化カリウム溶液（1→10）20mL及び水 100mLを加えて振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬デンプン試液 1mL）。別に空試験を行い、次式によりヨウ素価を求める。

$$(a - b) \times 1.269$$

$$\text{ヨウ素価} = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の採取量 (g)

ただし、a : 空試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

表

ヨウ素価	試料の採取量
30 未満	1.0 1 g
30 以上 50 未満	0.6 g
50 以上 100 未満	0.3 g
100 以上	0.2 g

☆42. 濁度試験法

濁度濁度試験法は、成分規格・保存基準各条の溶状の項に定めた溶媒に対する溶解性を科学的、客観的に判定するための方法である。溶状を観察することにより、物質固有の性状、不純物の存在などを簡単に判別することができる。

以下、本試験法を用いる場合の溶状の項において、例えば、「ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)」とあるのは、本品 1.0 g を量り、水 20mLを加えて溶かした液は、ほとんど澄明であることを示す。

操作法

(1) 検液の調製

別に規定するもののほか、溶状の項に規定した溶液をネスラー管又は適当な容器内で調製し、必要があれば 20mL をネスラー管にとり、検液とする。

(2) 標準液の調製

濁度標準原液 0.1mol/L塩酸 14.1mLを正確に量り、水を加えて正確に 50mLとする。この液 1 mLは、塩素 (Cl) 1 mg を含む。

濁度標準液 **濁度標準原液** 1 mLを正確に量り、水を加えて正確に 100mLとする。この液 1 mL

は、塩素 (Cl) 0.01mg を含む。

(3) 基準液の調製

澄明 濁度標準液 0.2mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

ほとんど澄明 濁度標準液 0.5mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

わずかに微濁 濁度標準液 1.2mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

微濁 濁度標準液 6 mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

混濁 濁度標準原液 0.3mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

(4) 試験

別に規定するもののほか、検液と同容量の基準液をネスラー管にとり、直射日光を避けて、30 秒～5 分間振り混ぜた後、上方及び側方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、規定する用語に対応する基準液の示す濁度より濃くない。また、澄明又はほとんど澄明と規定された液は、浮遊物などの異物の混入をほとんど認めない。

4243. 硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、試料添加物中に混在する硫酸塩の許容限度量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 SO_4 として 0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)」とあるのは、本品 1.0 g を量り、試料とし、試験を行い、比較液には、0.005mol/L 硫酸 0.50mL を用いて試験を行うとき、硫酸塩が、 SO_4 として 0.024%以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の量のみを規定する場合は、規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約 30mL を加えて溶かし、液がアルカリ性の場合は、塩酸 (1→4) を加えて中和し、更に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。また、試料液を調製する場合は、試料液をネスラー管に入れ、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の 0.005mol/L 硫酸を量って入れ、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、比較液とする。検液が澄明でない場合は、両液を同じ条件でろ過する。

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液（3→25）2 mLずつを加えてよく混和し、10 分間放置した後、両ネスラー管を、黒色を背景とし、~~側方~~側方上方及び~~上方~~側方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

4344. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、試料を硫酸に溶かすとき、硫酸によって容易に呈色する不純物の許容限度を試験する方法である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

あらかじめ無色の硬質試験管を~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体の場合は、試験管に~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸 5 mLを入れ、別に規定する量の試料を粉末として少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合は、別に規定する量を量り、試験管に入れ、~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸 5 mLを加えて振り混ぜる。この間、発熱して温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15 分間放置する。別に規定する比色標準液を別の同質同形の試験管に入れ、比較液とする。両管を、白色を背景とし、上方及び側方から観察して比色するとき、試料の呈する色は、比較液の色より濃くない。

また、試料を硫酸と加熱して溶かすように規定した場合は、試料と硫酸とを試験管に入れ、規定に従い加熱した後、比色する。

4445. ろ紙クロマトグラフィー

ろ紙クロマトグラフィーは、ろ紙を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定するクロマトグラフィー用ろ紙の一端から 40mm の~~所~~ところに鉛筆で線を引き、この線上に別に規定する量の検液と対照液をマイクロピペット又は毛细管を用いて付け、風乾する。このとき、検液を付けたスポットと対照液を付けたスポットとの中心間の距離は、約 25mm とする。次に、あらかじめ別に規定する展開溶媒を入れ、その蒸気で飽和させておいた高さ約 500mm の展開用容器に、このろ紙を入れ、ろ紙が器壁に接触しないように注意して、糸又は針金で栓に垂直につるし、ろ紙の下端約 10mm を展開溶媒中に浸し、容器を密閉して放置する。展開溶媒が試料を付けた点より別に規定する距離まで上昇したとき、ろ紙を容器から取り出し、風乾した後、別に規定する方法によって検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。

C 試薬・試液等

別に規定するもののほか、試験に用いる試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、標準品、クロマトグラフィー用担体／充填剤、温度計、ろ紙、ろ過器、ふるい、検知管式ガス測定器、付表及び参照赤外吸収スペクトルは、次に示すものを用いる。

なお、日本工業規格試薬の規格に適合するもの試薬については、その規格番号を付記した。~~日本工業規格試薬の種類が、特級又は、1級以外である場合には、pH標準液用等の種類のある場合には、種類も付記した。日本工業規格試薬から規格が削除された試薬については、旧規格番号及び最終改正当年（西暦）を付記した。~~本規格で用いる試薬の名称が日本工業規格試薬の名称と異なるものには、本規格で用いるの名称の次に日本工業規格の試薬の名称を付記してあるた。認証標準物質は、JIS Q0034に適合し JIS Q0031に規定する認証書が添付されたものをいう。計量法に規定する標準液又は標準ガスは、JIS Q0034に適合し、計量法（昭和26年法律第207号）第144条第1項に基づく証明書が添付されたものをいう。

試薬・試液、容量分析用標準液及び標準液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛及びヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

1. 試薬・試液

ABTS試液 2, 2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム) 41mgを量り、少量の水を加えて溶かし、水を加えて10mLとする。用時調製する。

☆BANASS・ブリリアントエロー試液 4, 4'-ビス(4-アミノ-1-ナフチルアゾ)-2, 2'-スチルベンスルホン酸 0.10 g及びブリリアントエロー~~0.020g~~20mgを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250) 3 mLを加えて溶かした後、水 7 mLを加え、メタノールを加えて100 mLとする。褐色ガラス瓶に保存する。

1, 4-BTMSB-d₄ C₁₂H₁₈D₄Si₂ 国際単位系へのトレーサビリティが確保された重水素化1, 4-ビス(トリメチルシリル)ベンゼン。

CHE S緩衝液(0.5mol/L) 2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸 103 gを量り、水 600mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(1mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し水を加えて1000mLとする。

CHE S緩衝液(0.1mol/L) 2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸 20.7 gを量り、水 900mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(1mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し水を加えて1000mLとする。

DSS-d₆ C₆H₉D₆NaO₃SSi [284664-85-3]

国際単位系へのトレーサビリティが確保された3-(トリメチルシリル)-1-プロパン-1, 1, 2, 2, 3, 3-d₆-スルホン酸ナトリウム

HEPES緩衝液(0.05mol/L) 2-[4-(2-ヒドロキシエチル)-1-ピペラジニル]エタンスルホン酸 11.9 gを量り、水 600mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(0.05mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し、水を加えて1000mLとする。

MES緩衝液(0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有) 2-(N-モルホリノ)エタンスルホン酸 n水和物 9.8 g及び塩化ナトリウム 17.5 gを量り、水 900mLを加えて溶かし、ポリオキ

シエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→20) 1.5mL を加え、pH6.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸 8.4 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム含有) 硫酸マグネシウム七水和物 62.3 g 及び塩化ナトリウム 25.3 g を量り、pH7.0 の MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) 200mL を加え、温めながらゆっくり溶かす。水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 又は塩酸試液 (2 mol/L) で pH7.0 に調整し、更に pH7.0 の MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) を加えて 250mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム・塩化コバルト含有) 塩化コバルト (II) 六水和物溶液 (1→10) 0.1mL を量り、MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム含有) を加えて混和し、10mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有) 硫酸マグネシウム七水和物 123 g 及び 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸 21.0 g を量り、水 4.8L を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル 50 g を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で pH7.0 に調整し、水を加え 5 L とする。

☆NN指示薬 2-ヒドロキシー-1-(2-ヒドロキシー-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 0.5 g と硫酸カリウム 50 g を混ぜ、均一になるまでよくすりつぶす。

☆pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 ~~ホウ酸ナトリウム、pH 測定用~~四ホウ酸ナトリウム十水和物、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用水酸化カルシウム 水酸化カルシウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用炭酸水素ナトリウム 炭酸水素ナトリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 ~~四シュウ酸カリウム、pH 測定用~~二シュウ酸三水素カリウム二水和物、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用フタル酸水素カリウム フタル酸水素カリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用リン酸水素二ナトリウム ~~リン酸二ナトリウム、無水、pH 測定用~~リン酸水素二ナトリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用リン酸二水素カリウム ~~リン酸二ナトリウム、pH 測定用~~リン酸二水素カリウム、pH 測定用を見よ。

亜鉛 Zn [K8012, 特級] [7440-66-6]

亜鉛, ヒ素分析用 Zn [~~ヒ素分析用~~, K8012, ヒ素分析用] [7440-66-6] 【無ヒ素亜鉛, 亜鉛, 無ヒ素】

~~1,000~1,410µm~~砂状のものを用いる。ただし、多孔性のものは、一般に溶解が速すぎるので使用しない。操作終了後なお少量が溶けきれずに残り、水素の発生が持続しているものがよい。

亜鉛 (標準試薬標準物質) Zn [容量分析用標準物質, K8005] [7440-66-6] 【亜鉛 (標準試薬)】
J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

~~亜鉛, 無ヒ素~~亜鉛, ヒ素分析用を見よ。

亜鉛粉末 Zn [K8013, ひ素分析用] [7440-66-6] 【亜鉛末】

~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末を見よ。

~~亜鉛用ジチゾン試液~~ ジチゾン試液, 亜鉛用を見よ。

アカルボース $C_{25}H_{43}NO_{18}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ アクリフラビン塩酸塩 $C_{27}H_{28}Cl_4N_6$ [8063-24-9] 【塩酸アクリフラビン】

本品は、濃赤褐色の結晶性の粉末である。本品の溶液（1→100）は、赤褐色を呈する。この液1 mLを量り、水30 mLを加えるとき、黄色となり、蛍光を發し、更に塩酸1 mLを加えるとき、蛍光は消える。また本品の溶液（1→10）に炭酸水素ナトリウム溶液（1→20）を加えるとき、泡立つ。

アクリル酸エステル系吸着用樹脂 吸着剤用に製造された多孔性樹脂。

亜酸化窒素 N_2O [10024-97-2]

本品は、無色の気体で、においはない。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる。

アジ化ナトリウム NaN_3 [K9501, 特級] [26628-22-8]

本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく。

融点 275°C, ~~融点以下で分解する。~~ (分解)

~~亜ジチオン酸ナトリウム~~ ~~亜二チオン酸ナトリウム~~ → 「アニリン」の前に移動

2, 2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム) $C_{18}H_{16}N_4O_6S_4 \cdot (NH_4)_2$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アジピン酸 $HOOC(CH_2)_4COOH$ [124-04-9] 「アジピン酸」

亜硝酸ナトリウム $NaNO_2$ [K8019, 特級] [7632-00-0]

~~L-アスコルビン酸~~ L (+)-アスコルビン酸 $C_6H_8O_6$ [K9502] [50-81-7] 【L-アスコルビン酸, 鉄試験用アスコルビン酸, アスコルビン酸, 鉄試験用】 ~~「L-アスコルビン酸」~~

L-アスコルビン酸 2-グルコシド, 定量用 $C_{12}H_{18}O_{11}$ [129499-78-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスコルビン酸 2-グルコシド ($C_{12}H_{18}O_{11}$) 99.9%以上を含む。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→50）5 mLに過マンガン酸カリウム溶液（1→300）1滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。また、本品の水溶液（1→50）5 mLに ~~2, 6-ジクロロ~~ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。

(2) 沸騰フェーリング試液 5 mLに本品の水溶液（5→40）2～3滴を加え、約5分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、波数 ~~3, 300~~ cm^{-1} , ~~1, 770~~ cm^{-1} , ~~1, 700~~ cm^{-1} , ~~1, 110~~ cm^{-1} 及び ~~1, 060~~ cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 50 mL)

(2) 遊離 L-アスコルビン酸及び遊離 D-グルコース 本品 0.50 g を量り、操作条件に示した移動相に溶かし、正確に 25 mL とし、検液とする。別に ~~L-アスコルビン酸~~ L (+)-アスコルビン酸 0.50 g を量り、移動相に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 1.0 mL を正確に ~~と~~ 量り, 移動相を加えて正確に 100 mL とし、L-アスコルビン酸標準原液とする。この液

1.0~~ml~~は、L-アスコルビン酸 0.2mg を含む。別に~~ブドウ糖~~D (+) -グルコース 0.50 g を移動相に溶かし、正確に 25~~ml~~とする。この液 1.0~~ml~~を正確にとり量り、移動相を加えて正確に 100~~ml~~とし、D-グルコース標準原液とする。この液 1.0~~ml~~は、D-グルコース 0.2mg を含む。これらのL-アスコルビン酸標準原液及びD-グルコース標準原液それぞれ 10~~ml~~を正確にとり量り、移動相を加えて正確に 100~~ml~~とし、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液とする。検液、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液 10~~ml~~をとり量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースのピーク面積を測定するとき、検液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースの保持時間に一致する保持時間のピーク面積は、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースの各々のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん~~り~~ 5～10 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4～5 mm, 長さ 15～30 cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/リン酸二水素カリウム・0.5vol%リン酸溶液 (5.44 \rightarrow 1,000) 混液 (3 : 2)

流量 0.7~~ml~~/分付近の一定流量

乾燥減量 1.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2時間)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 30~~ml~~を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液で 30 秒持続する淡赤色を呈するまで滴定する。

0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~ml~~ = 67.65mg $C_{12}H_{18}O_{11}$

L (+) -アスコルビン酸試液 L (+) -アスコルビン酸 70mg にメタリン酸 1.5 g 及び酢酸 4 mL を加え、水で 100mL とする。

~~アスコルビン酸, 鉄試験用 $C_6H_8O_6$ [L-アスコルビン酸, K9502]~~

アスパラギナーゼ, 酵素活性測定用 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger* に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (*A. niger* ASP-72 株に限る。) より得られた、黄～褐色の澄明な液体又はごくうすい灰色若しくはごくうすい黄色を帯びた白色の顆粒である。本品は、既知の酵素活性を有する。本品の 1 単位は、L-アスパラギンを基質として、pH5.0、37 $^{\circ}$ C において 1 分間に 1 μ mol のアンモニアを遊離する酵素量とする。

~~アスパラギナーゼ活性試験用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液~~ ~~次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, アスパラギナーゼ活性試験用をみよ。~~

L-アスパラギン 1 水和物 L-アスパラギン 1 水和物 $C_4H_8N_2O_3 \cdot H_2O$ [K8021] [5794-13-8]

L-アスパラギン酸ナトリウム L (+) -アスパラギン酸ナトリウム 1 水和物 $C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$ [3792-50-5] [L-アスパラギン酸ナトリウム] 「L-アスパラギン酸ナトリウム」

L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル $C_{14}H_{18}N_2O_5$ [22839-65-2]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に溶ける。

融点 142.0～145.0 $^{\circ}$ C

純度試験 他のアミノ酸又はペプチド化合物 本品の溶液（1→1,000）を検液とし、検液2 ~~μL~~につぎ、対照液を用いず、クロロホルム/メタノール/水/酢酸混液（32：15：3：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、80℃で30分間乾燥した後、ニンヒドリン試液を噴霧し、80℃で10分間乾燥して自然光下で観察するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

~~アスパルテーム C₁₄H₁₈N₂O₅ 「アスパルテーム」~~

アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン 本品は小麦由来アラビノキシランにアズリンを架橋したものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセチルアセトン C₅H₈O₂ [K8027]

アセチルアセトン試液 アセチルアセトン1 mLと炭酸ナトリウム試液（0.5mol/L）50mLを量り、混和する。用時調製する。

~~N-アセチルグルコサミン、定量用 C₉H₁₅NO₅ 白色の粉末又は結晶性の粉末である。~~

~~確認試験 本品の水溶液（1→100）0.5mLに、ホウ酸緩衝液（pH9.1）0.1mLを加え、90～100℃で3分間加熱し、急冷後、パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液3.0mLを加え、37℃で20分間加熱するとき、液は、赤紫色を呈する。~~

~~純度試験~~

~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +39 \sim +42^\circ$ (2%, 水, 6時間後)~~

~~(2) 類縁物質 本品0.1gを水10mLに溶かし、検液とする。この液1.5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。~~

~~操作条件 「N-アセチルグルコサミン」の定量法を準用する。~~

~~乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 3時間)~~

2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール C₉H₁₄N₂O₅ [94944-70-4]

本品は、灰白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

融点 234～236℃

純度試験 本品10.0mgをカルボニル基除去メタノール100 ~~μL~~ mLに溶かし、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール以外のピークを認めない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 280nm）

カラム充てん ~~ん~~ 填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

移動相 ~~0.2w/v%リン酸~~メタノール/0.2w/v%リン酸混液（~~45~~60：45）

流量 0.6 ~~μL~~ mL/分

2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2, 4-ジニトロフェニルヒドラゾン C

$_{15}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_8$

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン0.50 gに塩酸1 mLを加えてかくはんし, エタノール (95) 10mLを加えて水浴中で加熱して溶かした後, 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール0.1 gを加えて溶かす。この溶液を室温まで放冷した後, 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2, 4-ジニトロフェニルヒドラジンの結晶をろ取する。次にエタノール (95) 5 mLに塩酸1滴を加えた液を用いて再結晶を2回以上繰り返す。得られた結晶をデシケーター中, 室温で24時間乾燥する。冷所に保存し, 調製後1年以内に使用する。

純度試験 成分規格・保存基準各条の項のカラメルIII中の純度試験(8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール(ii)操作法に規定する操作条件に従い, 液体クロマトグラフィーにより試験を行う。主ピークの保持時間の4倍の範囲について, 各々のピーク面積を測定し, 面積百分率により主ピークの量を求めるとき, 98%以上である。

N-アセチル-DL-トリプトファン $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

N-アセチル-DL-メチオニン $\text{CH}_3\text{SCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{NHCOCH}_3)\text{COOH}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセチレン ~~溶解アセチレンを見よ。~~ C_2H_2 [溶解アセチレン, K1902] [74-86-2]

アセトアルデヒド CH_3CHO [K8030] [75-07-0]

2-アセトキシ-2-メチルアセト酢酸エチル $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_5$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセトニトリル CH_3CN [K8032, 特級] [75-05-8]

アセトニトリル (HPLC用) CH_3CN [75-05-8]

本品は, 無色澄明の液体である。

含量 99.8%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき, 波数 3000cm^{-1} , 2250cm^{-1} , 1440cm^{-1} , 1380cm^{-1} , 1040cm^{-1} , 920cm^{-1} 及び 750cm^{-1} 付近に吸収を認める。

密度 0.780~0.783 g/mL (20°C)

吸光度 蒸留水を対照として本品の吸光度を測定するとき, 波長 200nmで0.05以下, 220nmで0.02以下及び240nmで0.005以下である。

定量法 本品0.2μLにつき, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し, 面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm, 長さ約30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°C

注入口温度 110°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.2mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:200

乾燥減量 1.0%以下 (0.1g, 減圧, 24時間)

アセトン CH_3COCH_3 [K8034, 特級] [67-64-1]

亜セレン酸ナトリウム Na_2SeO_3 [10102-18-8]

本品は、白色の結晶性の粉末で水にやや溶けやすい。

含量 97.0%以上

純度試験 (1) 溶状 澄明 (2.0 g, 水 20 mL)

(2) セレン酸塩及び硫酸塩 本品 2.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、この液 (1) の検液 5 mL を正確に量り、水 10 mL を加えた後、塩酸 (1 → 3) を加えて pH6.0 に調整し、塩酸 (2 → 3) 1 mL を加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。この液に塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液 (1 → 10) 2 mL を加えて 30 分間放置するとき、濁りを生じない (SeO_4 として約 0.3% 以下又は SO_4 として約 0.05% 以下)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、200 mL のヨウ素瓶又は 200 mL の共栓三角フラスコヨウ素フラスコに入れ、水 80 mL、ヨウ化カリウム 3 g 及び塩酸 (2 → 3) 5 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 5 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 0.5 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加える。終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 4.324 mg Na_2SeO_3

アゾカゼイン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アゾキシストロビン, 定量用 $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$ [131860-33-8]

本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、アゾキシストロビン ($\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$) 99.0% 以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $2,723\text{cm}^{-1}$, $1,762\text{cm}^{-1}$, $1,587\text{cm}^{-1}$, $1,201\text{cm}^{-1}$, $1,155\text{cm}^{-1}$ 及び 840cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

融点 115~119°C

定量法 本品約 20 mg 及び 1, 4-B TMS B - d_4 約 4 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセトニトリル 2 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置を用いて ^1H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルを δ 0.23 ppm とし、 δ 3.40~3.80 ppm, δ 6.43 ppm 及び δ 8.28 ppm 付近のシグナルの面積強度をそれぞれ A_1 (水素数 6 に相当), A_2 (水素数 1 に相当) 及び A_3 (水素数 1 に相当) とするとき、 $(A_1/6)/A_2$, $(A_1/6)/A_3$ 及び A_2/A_3 がそれぞれ 1.0 となることを確認する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの A_1 , A_2 及び A_3 の和を I とし、水素数の和を N, 1, 4-B TMS B - d_4 の純度を P (%) とし、次式によりアゾキシストロビンの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

$$\text{アゾキシストロビン } (\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5) \text{ の含量 } (\%) = \frac{1, 4\text{-B TMS B - } d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 1.781 - (\%)$$

測定条件 (操作条件)

スピニング オフ
13C核デカップリング あり
取り込み時間 4秒以上
観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上
パルス角 90°
繰り返しパルス待ち時間 64秒以上
ダミーキャン 1回以上
積算回数 8回以上

アゾコラーゲン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アドバンテームアシッド C₂₈H₂₈N₂O₇ 本品は、N-[3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)プロピル]-L-α-アスパルチル-L-フェニルアラニンで、白~黄色の粉末である。
含量 本品を無水物換算したものは、アドバンテームアシッド94%以上を含む。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして1.0%以下

本品約 0.01g-10mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウム約 0.016g-16mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mLとし、標準液Aとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準液Bとする。検液並びに標準液A及びBをそれぞれ30μLずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。標準液A及びBの塩化物イオンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液の塩化物イオンのピーク面積を測定し、検量線から検液中の塩化物の濃度を求め、次式により塩化物の量を求める。

$$\text{塩化物の量 (\%)} = \frac{\text{検液中の塩化物の濃度 (g / mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10,000$$

操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム てん 充填剤 6μmの液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのポリエーテルケトン管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 炭酸水素ナトリウム201.62mg及び無水炭酸ナトリウム264.98mgを水1,000mLに溶かす。

流量 塩化物イオンの保持時間が約7分になるように調整する。

(2) ナトリウム Naとして5.0%以下

本品約 0.01g-10mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウム約 0.006g-6mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mLとし、標準液Aとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準液Bとする。検液並びに標準液A及びBをそれぞれ30μLずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。標準液A及びBのナトリウムイオンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液のナトリウムイオンのピーク面積を測定し、検量線から検液中のナトリウムの濃度を求め、次式によりナトリウムの量を求める。

$$\text{検液中のナトリウムの濃度 (g / mL)}$$

$$\text{ナトリウムの量 (\%)} = \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10,000$$

操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム充填剤 3 μ mの液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cmのポリエーテルケトン管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 L-ヒスチジン 77.58mg にメタンスルホン酸溶液 (24→125) 1.25mLを加え, 更に水 1,000mLを加える。

流量 ナトリウムイオンの保持時間が約4分になるように調整する。

水分 1.0%以下 (0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品 0.01g-10mg を量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて溶かし, 正確に 50mLとし, 検液とする。検液 20 μ Lを量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定する。すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし, それに対する主ピーク面積百分率を求め, C (%) とする。ただし, 面積測定範囲はアドバンテームアシッドの保持時間の6倍までとする。次式により含量を求める。

アドバンテームアシッドの含量 (%)

C (%)

$$= (100 - \text{塩化物の量} - \text{ナトリウムの量} - \text{水分}) \times \frac{\text{C (\%)}}{100}$$

操作条件 「アドバンテーム」の定量法の操作条件を準用する。

アドバンテーム, 定量用 $C_{24}H_{30}N_2O_7 \cdot H_2O$ [714229-20-6]

本品は白～帯黄白色の粉末である。

含量 本品を無水物換算したものは, アドバンテーム ($C_{24}H_{30}N_2O_7$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3,405 cm^{-1} , 3,320 cm^{-1} , 2,945 cm^{-1} , 1,717 cm^{-1} , 1,661 cm^{-1} , 1,582 cm^{-1} , 1,376 cm^{-1} , 1,242 cm^{-1} , 1,131 cm^{-1} 及び703 cm^{-1} 付近に吸収帯を認める。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~ $[\alpha]_D^{20} = -39 \sim -46^\circ$ (0.2g, エタノール (99.5), 100mL, 無水物換算)

(2) 純度試験 類縁物質 アドバンテームアシッドとして1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて溶かし, 正確に 100mLとし, 検液とする。別にアドバンテームアシッド約0.1gを精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて溶かし, 正確に 100mLとする。この液 2mLを正確に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて正確に 20mLとする。この液 2mLを正確に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3) を加えて正確に 20mLとし, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μ Lずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のアドバンテーム以外のピーク合計面積及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式により類縁物質の量を求める。ただし, 面積測定範囲はアドバンテームアシッドの保持時間の3倍までとする。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{W}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S}$$

ただし、W：アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件 「アドバンテーム」の純度試験(3)の操作条件を準用する。

水分 5.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (550°C, 3時間)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、エタノール 100 ~~ml~~ mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、~~通例~~、電位差計を用いる、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~ml~~ mL = 45.85 mg $C_{24}H_{30}N_2O_7$

アデノシン 3' - リン酸ナトリウム塩 $C_{10}H_{14}N_5O_7P \cdot 2Na^+$ [4958-39-8] 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アデノシン 5' - リン酸ナトリウム塩 $C_{10}H_{14}N_5O_7P \cdot mNa^+ \cdot nH_2O$ [149022-20-8] 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-アニシジン $CH_3OC_6H_4NH_2$ [104-94-9]

本品は、白～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

~~純度試験~~ 融点 57～60°C

p-アニシジン・フタル酸試液 p-アニシジン 1.23 g 及びフタル酸 1.66 g を量り、メタノールに溶かし、100 ~~ml~~ mL とする。密栓し、遮光して、冷所に保存する。

~~p-アニスアルデヒド 4-メトキシベンズアルデヒドを見よ。~~

~~0.5% p-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液 0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。~~

~~p-アニスアルデヒド・硫酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を見よ。~~

☆亜二チオン酸ナトリウム $Na_2S_2O_4$ ~~[K8737]~~ [7775-14-6] 【ヒドロサルファイトナトリウム、亜ジチオン酸ナトリウム】

本品は、白～灰白色の結晶性の粉末で、二酸化硫黄の強い刺激臭がある。

含量 85.0%以上

定量法 ホルムアルデヒド液 10 mL 及び水 (溶存酸素除去) 10 mL に、指示薬としてフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で中和した後、本品約 1.5 g を精密に量り、密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、正確に 250 mL とし、検液とする。検液 25 mL を正確に量り、塩酸試液 (1 mol/L) 4 mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、指示薬としてデンプン試液 3 mL を加え、終点は液の色が青色となるときとする。別に空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 4.353 mg $Na_2S_2O_4$

アニリン $C_6H_5NH_2$ [K8042, 特級] [62-53-3]

アニリンアゾシフェアー塩色素 $C_{16}H_{11}N_2NaO_4S$ [1934-20-9]

本品は、6-ヒドロキシ-5-(フェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウムで、だいたい赤色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (483nm 付近の極大吸収部) = 595 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~ 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の色素 A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μl を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 5 号中の純度試験 (5) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

アミドール試液 2, 4-ジアミノフェノール二塩酸塩 0.50 g 及び亜硫酸水素ナトリウム 10.0 g を量り、水を加えて溶かし、50mL とした後、ろ過する。用時調製する。

アミドブラック 10B $C_{22}H_{14}N_6O_9S_2Na_2$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アミドブラック試液 アミドブラック 10B 0.1 g を量り、エタノール (95) / 水混液 (1 : 4) 50mL を加えて溶かす。

アミド硫酸 (標準物質) $HOSO_2NH_2$ [容量分析用標準物質, アミド硫酸, K8005] [5329-14-6]

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

アミド硫酸アンモニウム $NH_4OSO_2NH_2$ [K8588, 特級] [7773-06-0] 【スルファミン酸アンモニウム】

2-アミノ安息香酸 $C_7H_7NO_2$ [118-92-3]

本品は白～褐色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (335nm 付近の極大吸収部) = 0.55 以上

本品約 0.2 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かして正確に 100mL とする。この液につき、エタノール (95) を対照として波長 335nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

純度試験 溶状 ほとんど澄明 (1 g, エタノール (95) 20mL)

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、エタノール (99.5) 15mL を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 13.71mg $C_7H_7NO_2$

4-アミノアンチピリン $C_{11}H_{13}N_3O$ [4-アミノ-2, 3-ジメチル-1-フェニル-5-ピラゾロン, K8048, 特級] [83-07-8]

4-アミノアンチピリン試液 (0.009mol/L) 4-アミノアンチピリン 1.83 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。ガラス容器に遮光して、30°C で保存する。調製し、24 時間放置した後使用する。

~~アミノ化ポリビニルアルコールゲル, 液体クロマトグラフィー用~~液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~アミノ基結合型シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用~~液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用を見よ。

2-アミノ-5-スルホ安息香酸 C₇H₇NO₅S [3577-63-7]

本品は、白～うすい赤みの黄色の結晶、粉末又は塊である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (256~262nmの極大吸収部) = 522~638

本品約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に 100mL とし、A液とする。A液 5mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とした液は、波長 256~262nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 256~262nm の極大吸収部における吸光度 A_B を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 比吸光度のA液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 20 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~30 分の間に現れるピーク面積を測定する。A液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (80 : 20)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (50mg, 135°C, 6時間)

~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~ 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物 C₁₀H₈NNaO₃S · 4H₂O [130-13-2] 【4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム】

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (319nm 付近の極大吸収部) = 338 以上

本品を減圧デシケター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~ 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100~~mL~~mL とし、これを A液とする。A液 10~~mL~~mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100~~mL~~mL とし、吸光度を測定する。また、波長 237nm 及び 319nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10~~mL~~mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 20~~mL~~ μ L を量り、成

分規格・保存基準各条の項の食用赤色 2 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 $C_{10}H_5(NH_2)(OH)SO_3H$ [K8050, 特級]
[116-63-2]

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸 0.2 g を量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液(3→20) 195 mL 及び無水亜硫酸ナトリウム亜硫酸ナトリウム溶液(1→5) 5 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。密栓して冷暗所に保存する。調製後 10 日以内に使用する。

~~2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール~~ 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-
プロパンジオール $H_2NC(CH_2OH)_3$ [K9704, 特級] [77-86-1] 【トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン】

4-アミノベンゼンスルホン酸 $C_6H_7NO_3S$ [121-57-3]

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (248nm 付近の極大吸収部) = 869 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100 mL とし、これを A 液とする。A 液 10 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて正確に 100 mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 10 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 4 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 $C_8H_{11}NO_4S$ [6471-78-9]

本品は、類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (250nm 付近の極大吸収部) = 362 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100 mL とし、これを A 液とする。A 液 10 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて正確に 100 mL とした液は、波長 218nm, 250nm 及び 291nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 1.0 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(87)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸のピーク以外を認めない。

~~アミラーゼ(結晶)~~

~~本品は、枯草菌液化型アミラーゼで、白色の結晶性の粉末で、においが無い。~~

~~あらかじめ、デンプン約 1g を精密に量り、105℃で 4 時間乾燥してその減量を測定する。別に乾燥物 2.0g に対応するデンプンの量を量り、ネスラー管に入れ、リン酸緩衝液(pH7) 5ml 及び水を加えて 50ml とし、時々振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱した後、40℃で 30 分間放置する。この~~

~~液に本品の溶液 (1→1,000) 0.5ml を加えてよく振り混ぜ、40°Cで30分間放置した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1ml を加えて振り混ぜ、冷却し、フェノールフタレイン試液 2滴を加えて2回倒立させるとき、均等な紅色を呈する。~~

α-アミラーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

- ①pH4.5の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ②pH5.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ③pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ④pH7.0のリン酸緩衝液 (1/3 mol/L)
- ⑤リン酸緩衝液 (塩化ナトリウム含有)
- ⑥酢酸緩衝液 (0.2 mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム・塩化ナトリウム含有)
- ⑦pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.5 mol/L)

β-アミラーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

- ①pH4.5の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ②pH5.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ③pH5.5の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ④pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L)
- ⑤pH7.0のリン酸緩衝液 (1/3 mol/L)
- ⑥リン酸緩衝液 (塩化ナトリウム含有)

~~α-アミラーゼ試液~~ ~~α-アミラーゼ (結晶) 0.2 g を量り、水 100ml を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。用時調製する。~~

α-アミラーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

- ①炭酸カルシウム 0.84 g 及び塩化ナトリウム 0.29 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、更に水を加えて 500 倍容量に薄める。
- ②硫酸カルシウム二水和物 0.34 g, ホウ酸 0.53 g 及び四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.14 g を量り、水を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→10) 0.5mL 及び水を加えて 1000mL とする。
- ③ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 25mg 及び塩化カルシウム二水和物 4.41 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。
- ④冷却した塩化ナトリウム溶液 (3→500)
- ⑤酢酸カルシウム試液 (0.2 mol/L) 5 mL, 酢酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 20mL 及び塩化ナトリウム試液 (2 mol/L) 50mL を量り、約 800mL の水に加え、酢酸試液 (0.1 mol/L) で pH6.0 に調整した後、水を加え 1000mL とする。
- ⑥pH7.0のリン酸緩衝液 (0.02 mol/L)
- ⑦塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り、水 800mL を加えて溶かし、塩化ナトリウム試液 (2 mol/L) 5 mL, pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 2 mL 及び水を加えて 1000mL とする。
- ⑧塩化ナトリウム 1.46 g を量り、pH7.0のリン酸緩衝液 (0.1 mol/L) 250mL を加えて溶かす。
- ⑨ウシ血清アルブミン (酵素用) 1.0 g を量り、マレイン酸試液 (0.05 mol/L, pH5.6) 100mL を加えて溶かす。
- ⑩pH7.0のリン酸緩衝液 (0.1 mol/L)
- ⑪塩化カルシウム二水和物 0.15 g を量り、水 800mL を加えて溶かし、pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L)

／L) 50mL 及び水を加え 1000mL とする。

β-アミラーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

①アルブミン (卵由来) 1.0 g 及びL-システイン塩酸塩一水和物 0.35 g を量り、pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし、1000mL とする。

②炭酸カルシウム 0.84 g 及び塩化ナトリウム 0.29 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、更に水を加えて 500 倍容量に薄める。

~~アミルアルコール、イソ-3-メチル-1-ブタノールを見よ。~~

アミロース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アミロース試液 アミロース 1.2 g を量り、ジメチルスルホキシド 100mL を加えてよく混合し、70℃、20 分加温した後、遠心分離 (10000×g, 10 分間) して不溶物を除き、25℃で保管する。

L-アラニル-プロリル-グリシン C₁₀H₁₇N₃O₄ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビアゴム 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビアゴム試液 塩化ナトリウム 17.9 g 及びリン酸二水素カリウム 0.41 g を量り、水 400mL 及びグリセリン 540mL を加え溶かし、かくはんしながらアラビアゴム 6.0 g を少量ずつ加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。

L-アラビトール C₅H₁₂O₅ [7643-75-6]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 20mL)

融点 102~104℃

水分 0.5%以下 (±0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.1%以下 (2 g)

アラビナン 本品はアラビノースを主体とする多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

L-アラビノース, 定量用 C₅H₁₀O₅ [87-72-9]

白色の結晶又は粉末である。

~~純度試験 (1)~~ 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +103.0 \sim +105.5^\circ$ (2 g, 水, 50mL, 乾燥物換算) ただし、24 時間放置後、測定する。

~~純度試験 (2)~~ 類縁物質 本品 1.0 g を水 25mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「L-アラビノース」の定量法の操作条件を準用する。

アラビノガラクトサン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビノキシラン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~アリザリンS~~ アリザリンレッドSを見よ。

~~アリザリンエローCG C₁₃H₈N₂NaO₆ [K8056]~~

~~アリザリンエローCG 試液~~ アリザリンエローCG 0.1 g を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

~~アリザリンエローCG・チモールフタレイン試液~~ アリザリンエローCG 試液 10mL とチモールフタレイン試液 20mL とを混和する。

アリザリンレッドS $C_{14}H_5O_2(OH)_2SO_3Na \cdot H_2O$ [K8057, 特級] [130-22-3] 【アリザリンS】

~~亜硫酸亜硫酸水 H_2SO_3 [亜硫酸水, K8058] [7782-99-2] 【亜硫酸】~~

~~本品は、無色透明な液体で刺激臭があり、空气中で徐々に酸化される。~~

~~含量 SO_2 として5.0%以上~~

~~定量法 水10mLに0.05mol/Lヨウ素溶液25mLを正確に加え、直ちに密栓し、質量を精密に量る。~~

~~更に、本品1mLを加え、再び直ちに密栓し、質量を精密に量る。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、指示薬としてデンプン試液3mLを加え、終点は、液の色が消えるときとする。~~

~~0.05mol/Lヨウ素溶液1mL=3.203mg SO_2~~

亜硫酸水素ナトリウム $NaHSO_3$ [K8059, 特級] [7631-90-5]

~~亜硫酸水素ナトリウム試液 亜硫酸水素ナトリウム10gを量り、水を加えて溶かし、30mLとする。用時調製する。~~

亜硫酸ナトリウム, 無水 ~~亜硫酸ナトリウム~~ Na_2SO_3 [亜硫酸ナトリウム, K8061] [7757-83-7] 【無水亜硫酸ナトリウム, 亜硫酸ナトリウム, 無水】

~~アルカリ性クエン酸銅試液 ークエン酸銅試液, アルカリ性を見よ。~~

~~アルカリ性ピロガロール溶液 ーピロガロール溶液, アルカリ性を見よ。~~

L-アルギニン塩酸塩 $H_2N(HN)CNH(CH_2)_3CH(NH_2)COOH \cdot HCl$ [~~α~~-アルギニン塩酸塩, K9046:1972] [1119-34-2]

~~本品は、白色の微細結晶である。又は結晶性の粉末で、水に溶けやすい。~~

~~確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) に30w/v%水酸化ナトリウム溶液5mLを加えて煮沸するとアンモニアを発生する。~~

~~(2) 本品の水溶液 (1→100) 1mLを氷水中で冷却し、10w/v%水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1mLと0.02w/v%α-ナフトール溶液 (1→5000) 1mLを加え、次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素5%) 0.3mLを加えて振り混ぜるとき赤だいたい色を呈する。~~

~~純度試験 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +22.3 \sim +23.0$ (105°C, 3時間乾燥後測定する)~~

含量 99.0%以上

純度試験 他のアミノ酸 本品0.10gを量り、水で正確に10mLとし、検液とする。薄層板の下端から約20mm上の位置を原線とし、原線上の左右両端から少なくとも10mm離れた位置に、検液5μLを10mm以上の間隔で2～6mmの円形状にスポットし、乾燥する。展開容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で湿らせ、更に展開溶媒を約10mmの深さに入れ、展開容器を密閉した後、室温で約1時間放置して展開溶媒の蒸気を飽和させる。展開溶媒は、1-ブタノール/アセトン/水/ジシクロヘキシルアミン混液(10:10:5:2)、1-プロパノール/アンモニア水混液(67:33)又はエタノール(99.5)/水/アンモニア水(28)/1-ブタノール混液(2:1:1:1)とする。これに薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、室温で放置して展開させる。展開溶媒の先端が原線から約10cmの距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付けて風乾後、100°Cで30分間乾燥し、放冷する。これに、ニンヒドリン・アセトン溶液(1→50)を噴霧し、80°Cで10分間加熱して発色させたとき、スポットは1つより多く検出しない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、酢酸 45 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.53 mg C₆H₁₄N₄O₂·HCl

アルギン酸ナトリウム (C₆H₇O₆Na)_n 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アルデヒドデヒドロゲナーゼ 本品は、白色の粉末である。

酵素活性 本品は、1 mg 当たり 2 単位以上の酵素活性を有する。

酵素活性測定法

(i) 試料溶液

本品約 20 mg を精密に量り、水 1 mL に溶かし、氷冷したウシ血清アルブミン溶液 (1 → 100) を加えて正確に 200 mL とする。

(ii) 操作法

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 20.0 mg を量り、水に溶かして正確に 1 mL とする。この液 0.20 mL、ピラゾール溶液 (17 → 2500) 0.10 mL 及び試料溶液 0.10 mL をピロリン酸塩緩衝液 (pH 9.0) 2.50 mL に入れ、かき混ぜた後、密栓して 25 ± 1 °C で 2 分間放置する。この液にアセトアルデヒド溶液 (3 → 1,000) 0.01 mL を加えてかき混ぜた後、密栓し、紫外可視吸光度測定法により波長 340 nm における吸光度を 30 秒毎に測定し、時間と吸光度の関係が直線を示す部分より 1 分間当たりの吸光度の変化 (ΔA) を求め、次式により酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にアセトアルデヒド 1 μmol を酸化させる酵素量を 1 単位とする。

$$2.91 \times \Delta A \times 200$$

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/mg)} = \frac{\quad}{6.3 \times \text{試料の採取量 (g)} \times 0.10 \times 1,000}$$

アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 アルデヒドデヒドロゲナーゼ 70 単位に相当する量をとり量り、水 10 mL に溶かす。用時調製する。

アルブミン (卵由来) オボアルブミン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アルブミン試液 新鮮な鶏の卵 1 個から注意して卵白を分取し、水 100 mL を加え、よく振り混ぜて卵白が水と混和した後、ろ過する。用時調製する。

~~アルミナ 本品は、白色の粉末で、ほとんどにおいがなく、味もない。水又は有機溶媒に溶けない。~~

~~粉末度 本品は、標準網ふるい 150 μm を通過し、標準網ふるい 75 μm をほとんど通過しない。~~

~~液性 pH 11.0 以下~~

~~本品 50 g を量り、水 200 mL を加え、30 分間煮沸し、冷後、ろ過した液について測定する。~~

~~吸着度 0.1 ~ 0.2~~

~~内径 18 mm のガラス管の一端にガラス綿を詰め、その中に本品 30 g を入れ、軽くたたいてその層の高さが変わらなくなるまで詰める。次にこのアルミナ層の表面を小円形紙で覆い、これにベンゼンを入れ、流下させる。アルミナ層が完全に潤され、ベンゼンの液面がアルミナ層の上面~~

~~に達したとき、直ちにピクリン酸・ベンゼン溶液 (1→20) 20mL を流下させる。ピクリン酸・ベンゼン溶液 (1→20) の液面がアルミナ層の上面に達したとき、更にベンゼン 20mL を流下させ、その後アルミナ層及びピクリン酸の吸着した層の高さを測定し、それぞれの値を L 及び l とし、次式によって吸着度を求める。~~

$$\text{吸着度} = L / (l \times 30)$$

~~アルミニウム Al [K8069]~~

~~安息香酸 C₆H₅COOH [K8073]~~

安息香酸メチル C₆H₅COOCH₃ [93-58-3]

無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.515 \sim 1.520$

比重 $d_{20}^{20} = 1.087 \sim 1.095$

純度試験 本品 0.1 mL を「チアミン塩酸塩」の定量法の移動相に溶かし、50 mL とする。この液 10 μ L につき、「チアミン塩酸塩」の定量法の操作条件に従い、液体クロマトグラフィーにより試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について、各々のピーク面積を測定し、安息香酸メチルの量を求めるとき、99.0% 以上である。

アントラキノン C₁₄H₈O₂ [84-65-1]

本品はうすい黄～うすい黄褐色の粉末である。

溶状 ほとんど澄明 (0.1 g, 水浴中加熱 トルエン 20mL)

融点 282～288°C

アントロン C₁₄H₁₀O ~~[K8082]~~ [90-44-8]

本品は、淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 1660 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 1470 cm⁻¹, 1400 cm⁻¹, 1310 cm⁻¹, 1170 cm⁻¹, 930 cm⁻¹ 及び 710 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 154～160°C

純度試験 (1) 本品 0.1 g を量り、200 mL のメスフラスコに入れ、硫酸 (2→3) 100 mL に溶かし、硫酸 (2→3) で 200 mL としたものを A 液とする。D (+) - グルコース 0.50 g を水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加え正確に 100 mL とする。この液 1 mL を 50 mL の共通すり合わせ平底試験管に正確に量り、A 液 25 mL を正確に加えて、検液とする。水 1 mL を 50 mL の共通すり合わせ平底試験管に正確に量り、A 液 25 mL を正確に加えて、空試験液とする。検液及び空試験液それぞれを振り混ぜ、水浴中で 10 分間加熱後、氷水中で冷却する。検液は、紫外可視吸光度測定法により、空試験液を対照として、波長 625 nm における吸光度を測定する。空試験液は、紫外可視吸光度測定法により、水を対照として、波長 625 nm における吸光度を測定する。このとき、検液の吸光度は 0.70 以上及び空試験液の吸光度は 0.05 以下である。

(2) アントラキノン 1.0% 以下

本品 0.50 g を量り、アセトニトリルで正確に 100 mL にする。その 20 mL を正確に量り、アセトニトリルで正確に 200 mL とし、検液とする。別に、アントラキノン 50 mg を量り、アセトニトリル 80 mL で溶かし、アセトニトリルで正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、検液 20 mL を正確に量って加え、アセトニトリルで正確に 200 mL とし、比較液とする。

検液及び比較液をそれぞれ 10 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、

それぞれのピーク面積を測定する。検液及び比較液の示すアントラキノンのピーク面積の A_1 及び A_2 を求めるとき、 A_1 は $A_2 - A_1$ より大きくない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用フェニル基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30~40℃の一定温度

移動相 アセトニトリル 60mL に水 140mL を加え、水酸化テトラブチルアンモニウム・メタノール試液 2.5mL を加えた液を、リン酸 (1→2) で pH3.0 に調整する。

流量 1.0mL/分

アントロン試液 アントロン ~~0.05~~50mg~0.2 g を量り、硫酸 100mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) → 「イオンクロマトグラフィー用精製水」の前に移動

アンモニア試液 アンモニア水 (28) 400mL を量り、水を加えて 1,000mL とする。

アンモニア水 NH_4OH [K8085, 特級又はK9903] [1336-21-6]

~~アンモニア水~~ アンモニア水 (28) NH_4OH [K8085, 特級, 濃度 28% 比重約 0.90] [1336-21-6] 【アンモニア水】

アンモニア水・塩化アンモニウム試液 塩化アンモニウム 7.0 g にアンモニア水 57mL を加え、水で 100mL にする。ポリエチレン瓶に密栓して保存する。

☆アンモニウム緩衝液 (pH10.0) 【塩化アンモニウム緩衝液 (pH10)】 塩化アンモニウム 5.4 g を量り、アンモニア水 (28) 21mL 及び水を加えて溶かして 100mL とする。

☆アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 【アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)】 塩化アンモニウム 67.5 g を量り、アンモニア水 (28) 570mL を加えて溶かし、新たに煮沸し冷却した水を加えて 1,000mL とする。

イオンクロマトグラフィー用精製水 精製水を蒸留したもので、電気伝導度が 1 μ S/cm 以下のもの等、イオンクロマトグラフィーに適したものをを用いる。

~~イソアミルアルコール 3-メチル-1-ブタノールを見よ。~~

~~イソオクタン 2, 2, 4-トリメチルペンタンを見よ。~~

~~イソオクタン試液 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液~~ → 「トルエン」の前に移動

イソクエルシトリン $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}$ [482-35-9]

本品は、淡黄~黄色の粉末である。

確認試験 本品及び定量用ルチン約 10mg ずつを量り、少量のメタノールに溶かした後、水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) を加えて 10mL とし、それぞれ検液及び標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 μ L につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液の主ピークの保持時間は標準液のルチンのピークの保持時間より遅い。また、このピークの測定波長 200~400nm の吸収スペクトルを標準液のルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験の検液 10 μ L につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピーク

の量を求めるとき、75.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。

イソチオシアン酸アリル，定量用 C_4H_5NS [57-06-7]

本品は、無～黄褐色の透明な液体で、催涙性及び刺激臭がある。

含量 99.0%以上

定量法 本品を1 μ L量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸アリルの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して20%メチルフェニルシリコーンポリマー

担体 180～250 μ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3mm，長さ2mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

注入口温度 200 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 20mL/分

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

イソチオシアン酸 *sec*-ブチル C_5H_9NS [4426-79-3]

本品は、無～黄褐色，透明な液体である。

含量 99.0%以上

定量法 本品を1 μ Lを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸 *sec*-ブチルの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して20%メチルフェニルシリコーンポリマー

担体 180～250 μ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3mm，長さ2mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

注入口温度 200 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 20mL/分

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

イソチオシアン酸 3-ブテニル C_5H_7NS [3386-97-8]

本品は、無～黄色の透明な液体である。

含量 95.0%以上

定量法 本品0.5 μ Lを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と

総ピーク面積からイソチオシアン酸 3-ブテニルの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.2~0.25mm, 長さ 50~60m のフューズドシリカ管の内面に, ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.2~0.4 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80°Cで注入し, 毎分 4°Cで 250°Cまで昇温する。

検出器温度 250°C

注入口温度 100°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸 3-ブテニルの保持時間が 10~30 分になるように調節する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:50

測定時間 42 分

~~イソブチルアルコール-2-メチル-1-プロパノールを見よ。~~

~~イソプロピルアルコール-2-プロパノールを見よ。~~

~~イソプロピルアルコール, ビタミンA測定用-2-プロパノール, ビタミンA測定用を見よ。~~

イソマルツロース $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ 6-O- α -D-グルコピラノシル-D-フルクトース

酵素活性試験法に適するものを用いる。

一酸化炭素 CO [630-08-0]

本品は, 無色の気体である。ギ酸に硫酸を作用させて発生する気体を水酸化ナトリウム試液層に通して調製する。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい。

~~一酸化鉛 酸化鉛 (II) を見よ。~~

イヌリン (ダリア由来) $(C_6H_{10}O_5)_n$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

イヌリン (チコリ由来) $(C_6H_{10}O_5)_n$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

myo-イノシトール, 定量用 $C_6H_{12}O_6$ [87-89-8]

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味は甘い。

確認試験 本品を 105°C, 4 時間乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき, ~~波数~~ $3\bar{=}380\text{cm}^{-1}$, $3\bar{=}220\text{cm}^{-1}$, $1\bar{=}446\text{cm}^{-1}$, $1\bar{=}147\text{cm}^{-1}$, $1\bar{=}114\text{cm}^{-1}$ 及び $1\bar{=}049\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収~~帯~~を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.2 g を水 20~~mL~~ mL に溶かし, 検液とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100~~mL~~ mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10~~mL~~ μ L ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 各ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピークの面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件 「myo-イノシトール」の定量法の操作条件を準用する。

~~5'-イノシン酸二ナトリウム~~ 5'-イノシン酸二ナトリウム n 水和物 $C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P \cdot 6 \sim 8 H_2O$ [4691-65-0] [5'-イノシン酸二ナトリウム] 「5'-イノシン酸二ナトリウム」

イミダゾール, 水分測定用 $C_3H_4N_2$ [288-32-4]

白色の結晶性の粉末で, 水又はメタノールに極めて溶けやすい。

融点 89~92°C

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (313nm) = 0.031 以下 (8 g, 水, 100mL)。

水分 本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

☆ 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩 $C_4H_{11}NO_2 \cdot HCl$ [14426-21-2] 【塩酸ジエタノールアミン】

淡黄色の液体である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.515 \sim 1.519$

比重 $d_4^{20} = 1.259 \sim 1.263$

水分 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。

~~陰イオン交換樹脂, 強塩基性強塩基性陰イオン交換樹脂~~ → 「強酢酸第二銅試液」の前に移動

~~陰イオン交換樹脂, 弱塩基性弱塩基性陰イオン交換樹脂 (OH型)~~ → 「弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体」の前に移動

インジゴカルミン $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ [K8092, 特級] [860-22-0]

インジゴカルミン試液 インジゴカルミン ($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$) 0.18 g に対応する量のインジゴカルミンを量り, 水を加えて溶かし, 100mL とする。調製後 2 か月以内に用いる。

ウイス試液 三塩化ヨウ素 7.9 g 及びヨウ素 8.9 g をとり量り, それぞれを酢酸に溶かした後, 両液を混和し, 更に酢酸を加えて 1,000mL とする。遮光したガラス容器に入れて保存する。

ウシ血清アルブミン ウシ血清から得られたもので, アルブミン 95% 以上を含む。

ウシ血清アルブミン (酵素用) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ウシ胆汁末—微生物試験用に製造したもの。~~

ウラニン $C_{20}H_{10}Na_2O_5$ [K8830, 特級] [518-47-8]

ウラニン試液 ウラニン 0.20 g を量り, 水を加えて溶かして 100mL とする。褐色ガラス製瓶に保存する。

エールリッヒ試液 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 0.8 g を量り, エタノール (99.5) 30mL を加えて溶かし, 塩酸 30mL を加え, 冷却する。用時調製する。

~~エオシン—エオシン Y を見よ。~~

エオシン Y $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$ ~~— [K8661-1988] —~~ [17372-87-1] 【エオシン】

本品は, 赤～類赤褐色の塊又は粉末である。本品の水溶液は, 517nm 付近に極大吸収部がある。
~~乾燥減量 16% 以下 (105°C, 4時間)~~

確認試験 本品 0.10 g を量り, 水を加えて正確に 100mL とする。その 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200mL とした液は, 514～518nm に極大吸収部がある。

吸光度 確認試験の検液につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき, 波長 515nm における吸光度は, 吸光度は 0.50～0.80 である。

~~液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル—アミノ化ポリビニルアルコールゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル—アミノ基結合型シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル—オクタデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル—オクチルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂~~ 強塩基性陰イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

~~液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂~~ 強酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

~~液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂~~ 弱酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

~~液体クロマトグラフィー用シリカゲル~~ シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

~~液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル~~ ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。

エステル化ペクチン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エタノール~~ ~~エタノール (95)~~ を見よ。

エタノール (95) C_2H_5OH [K8102, 特級及び1級] [64-17-5] 【エタノール】

エタノール (99.5) C_2H_5OH [K8101, 特級] [64-17-5] 【エタノール, 無水, 無水エタノール】

~~エタノール, 中和~~ エタノール (中和) 【中和エタノール, エタノール, 中和】 ~~エタノール~~ エタノール (95) を適量量り, フェノールフタレイン試液数滴を加えた後, 水酸化ナトリウム溶液 (1 → 1=250) を液が淡紅赤色を呈するまで加える。用時調製する。

~~エタノール, 無アルデヒド~~ エタノール (無アルデヒド) ~~C_2H_5OH~~ 【無アルデヒドエタノール】 ~~エタノール~~ 1,000mL を量り, 硫酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて蒸留する。この留液 1,000mL に硝酸銀 10 g 及び水酸化カリウム 1 g を加え, 還流冷却器を付けて 3 時間煮沸した後, 蒸留する。【K8001 エタノール (アルデヒド及びケトン試験用)】 エタノール (99.5) 500 mL に 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 10 g 及び塩酸 0.2 mL を加え, 還流冷却器を付けて 2 時間還流した後, 蒸留する。初留 100 mL を捨て, 続く中留 300 mL を用いる。中留は着色してはならない (CH_3COCH_3 : 質量分率約 1 ppm 以下)。

~~エタノール, 無水~~ ~~エタノール (99.5)~~ を見よ。

~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 水酸化カリウム試液, エタノール製を見よ。

~~エタノール製 10% 水酸化カリウム試液~~ 水酸化カリウム試液, エタノール製を見よ。

~~エタノール不含クロロホルム~~ クロロホルム, エタノール不含を見よ。

3- [N-エチル-N-(4-スルホフェニル) アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム $C_{15}H_{15}CaNO_6S_2$

本品は, 白〜うすい赤みの黄色の粉末である。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 10mg を量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に 100mL とし, 検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 20μL ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~35 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 60.0% 以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260nm)

カラム充填剤 5μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6 mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (95 : 5) から (60 : 40) までの直線濃度勾配を 20 分間行い, A : B (60 : 40) で 15 分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 15.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

N-エチルマレイミド $C_4H_7O_2NC_2H_5$ [128-53-0]

本品は、白色の結晶で、~~エタノール~~エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶解しやすい。本品の溶液 (1 → 10,000) は、波長 298~302nm に極大吸収部がある。

融点 44.0~46.0℃

N-エチル-N-(1-メチルエチル) プロパン-2-アミン $C_8H_{19}N$ 本品は、無色又はわずかにうすい黄色の澄明な液体である。

含量 95.0%以上

密度 0.750~0.760

定量法 本品 1 ~~μL~~μLにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 15m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で注入し、毎分 10℃で 150℃まで昇温する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

注入方式 スプリット (120 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 ~~μL~~μL/分

測定時間 15 分

~~エチルメチルケトン 2-ブタノンを見よ。~~

エチレングリコール $HOCH_2CH_2OH$ [K8105, 特級] [107-21-1]

エチレングリコール, 水分測定用 エチレングリコールを蒸留し, 195~198℃の留分をとる。本品 1 ~~μL~~μL 中の水分は, 1.0mg 以下である。

エチレングリコールキチン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エチレングリコールモノメチルエーテル 2-メトキシエタノールを見よ。~~

エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム四水和物 $C_{10}H_{12}N_2Na_4O_8 \cdot 4H_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2-エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2-水和物を見よ。~~

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2-水和物~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

$C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ [~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物, K8107~~]

[6381-92-6] 【エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム, エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2水和物】

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液~~ ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 37.2 g を水に溶かし, 1,000mL とする。~~

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.2mol/L) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74.4 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.01mol/L) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 3.72 g を量り, 水を加えて溶かし 1000mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.005mol/L) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・塩酸試液 (0.001mol/L) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.37 g を量り, 塩酸試液 (0.01mol/L) 100mL を加えて溶かし, 水を加えて 1000mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1 g 及び水酸化ナトリウム 1.2 g を水に溶かし, 1000mL とする。

☆エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 【EDTA・トリス試液】 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 18.6 g と 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.05 g を 正確に 量り, これを 250mL ビーカーに入れ, 熱湯 200mL を加えて, 溶けるまで 攪拌かくはん する。その後, 水酸化ナトリウム溶液 (1→5) で pH7.5~7.6 に調整する。冷後, 更に, 水酸化ナトリウム溶液 (1→5) で pH8.0 に調整し, 250mL メスフラスコに移し, 水を加えて 250mL とする。よく混合させ, プラスチック容器に保管する。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅~~ ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4水和物を見よ。~~

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4水和物~~ $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$

~~本品は, 青色の粉末である。~~

~~含量~~ 98.0%以上

~~液性~~ pH=7.0~9.0

~~溶状~~ 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10mL に溶かすとき, 液は青色澄明である。

~~定量法~~ 本品約 0.45 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100mL とする。この液 10mL を 正確に 量り, 水 100mL 及び希硝酸を加えて約 pH1.5 とし, オルトフェナントロリンのメタノール溶液 (1→20) 5 mL を加え, 0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液で滴定する (指示薬 ~~キシレノールオレンジ試液~~ 2滴)。ただし, 滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。

0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液 1 mL = 4.698mg $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$

2-(2-エトキシエトキシ) エタノール $C_2H_5(OCH_2CH_2)_2OH$ [111-90-0]

沸点が約 203°C の無色澄明の液体である。水と混和する。

屈折率 $n_D^{20}=1.425\sim 1.429$

比重 $d_4^{20}=0.990\sim 0.995$

酸 (CH₃COOH として) 0.01%以下

NN指示薬 → 「pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物」の前に移動

(-) -エピカテキン $C_{15}H_{14}O_6$ [490-46-0]

本品は、白～うすい黄褐色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験 (1) を準用する。

純度試験 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500 : 500 : 1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 μ L につき、定量用 (+) -カテキンの純度試験 (2) の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

(一) -エピカテキンガレート $C_{22}H_{18}O_{10}$ [1257-08-5]

本品は、灰白色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験 (1) を準用する。

純度試験 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500 : 500 : 1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 μ L につき、定量用 (+) -カテキンの純度試験 (2) の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

エリオクロムブラック T $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ [K8736, 特級] [1787-61-7]

エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 エリオクロムブラック T 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ、均一になるまでよくすりつぶす。

エリオクロムブラック T 試液 エリオクロムブラック T 0.5 g 及び ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 4.5 g を量り、~~エタノール~~ エタノール (95) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。遮光した容器に保存する。

~~エリスリトール~~ meso-エリトリトール を見よ。

meso-エリトリトール $C_4H_{10}O_4$ [149-32-6] **【エリスリトール】**

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 20 ~~mL~~ mL)

融点 118~120°C

水分 0.5%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下 (2 g)

塩化亜鉛 $ZnCl_2$ [K8111, 特級] [7646-85-7]

塩化亜鉛試液 塩化亜鉛 27mg を量り、水を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 0.75mL 及び水を加え、1000mL とする。

塩化亜鉛試液 (pH3.0) 塩化亜鉛 1.0 g を量り、水 19mL を加え、塩酸 (1→2) で pH3.0 に調整する。

~~塩化アセチル, リナロール 定量用~~ CH_3COCl ~~酢酸~~ 128mL を量り、300mL の三つ口フラスコに入れ、すり合わせの滴加漏斗及び還流冷却器を付け、氷水中で冷却し、10°C以下に保ちながら三塩化リン 100 g を徐々に滴加した後、30分間放置する。次に30分間煮沸した後、静置して二層に分離する。その上澄液を静かに分取し、~~酢酸~~ 5mL を加え、沸点測定法及び蒸留試験法中の第2法により蒸留する。~~45°C以上の留分に、新たに加熱融解した無水酢酸ナトリウム 5 g を加え、再び同様の方法で蒸留し、50°C以上の留分をとる。ただし、アダプターは、三つまたの枝付を用い、容量約 100mL のフラスコを付けて受器とし、留分を分取できるように装置し、アダプターの枝には塩化カルシウム管~~

~~を付け、装置は、すべてすり合わせとする。用時調製する。~~

~~塩化アルミニウム 塩化アルミニウム (III) 6水和物を見よ。~~

~~塩化アルミニウム (III) 6水和物~~ 塩化アルミニウム (III) 六水和物 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化アルミニウム (III) 六水和物~~, K8114, 特級] [7784-13-6] 【塩化アルミニウム (III) 6水和物, 塩化アルミニウム】

~~塩化アンチモン (III) SbCl_3 [K8400]~~

塩化アンモニウム NH_4Cl [K8116, 特級] [12125-02-9]

~~塩化アンモニウム緩衝液 (pH10)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.0) →「アンモニウム緩衝液 (pH10.7)」の前に移動

塩化カリウム KCl [K8121, 特級及び電気伝導率測定用] [7447-40-7]

塩化カリウム・塩酸試液 塩化カリウム 250 g を量り、塩酸 8.5 mL 及び水 750 mL を加えて溶かす。

~~塩化カルシウム 塩化カルシウム 2水和物を見よ。~~

~~塩化カルシウム 2水和物~~ 塩化カルシウム二水和物 →「塩化カルシウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

塩化カルシウム, 水分測定用 CaCl_2 [~~塩化カルシウム (水分測定用)~~, K8125] [10043-52-4]

☆ 塩化カルシウム二水和物 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化カルシウム二水和物~~, K8122, 特級] [10035-04-8] 【塩化カルシウム, 塩化カルシウム 2水和物】

塩化カルシウム試液 (1 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 147 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.32 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 47.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.22 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 32.3 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.1 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 14.7 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

~~塩化コバルト (II) 塩化コバルト (II) 6水和物を見よ。~~

~~塩化コバルト (II) 6水和物~~ 塩化コバルト (II) 六水和物 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化コバルト (II) 六水和物~~, K8129, 特級] [7791-13-1] 【塩化コバルト (II), 塩化コバルト (II) 6水和物, 塩化第一コバルト】

~~塩化コバルト試液 塩化コバルト (II) 2.0 g を量り、塩酸 1 mL 及び水を加えて溶かして 100 mL とする。~~

塩化コバルト (II) 試液 (0.5 mmol/L) 塩化コバルト (II) 六水和物 0.12 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。用時調製する。

塩化コバルト (II) 試液 (0.1 mol/L) 塩化コバルト (II) 六水和物 23.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化コリン [(CH₃)₃NCH₂CH₂OH] Cl [~~K8130-1981~~] [67-48-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、~~わずかに特異なにおいがある。~~

含量 98.0~101.0% 95.0%

110°C で 3 時間乾燥した本品約 0.2 g を精密に量り、~~0.05 mol/L 硫酸で滴定する。~~ 非水滴定用酢酸 20 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加えて、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定を行う。終点の確

認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.050.1mol/L 硫酸過塩素酸 1 mL = 0.01396 g 13.962 mg [(CH₃)₂NCH₂CH₂OH]

Cl

塩化コリン、水分測定用 [(CH₃)₃NCH₂CH₂OH] Cl [67-48-1]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

融点 303~305°C (分解)。

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

塩化水銀 (II) HgCl₂ [K8139, 特級] [7487-94-7] 【塩化第二水銀】

~~塩化スズ (II) 塩化スズ (II) 2 水和物を見よ。~~

~~塩化スズ (II) 2 水和物~~ 塩化スズ (II) 二水和物 SnCl₂ · 2 H₂O [塩化スズ (II) 二水和物塩化
すず (II) 二水和物, K8136, 特級, 水銀分析用] [10025-69-1] 【塩化第一スズ, 塩化スズ (II)
2 水和物, 塩化スズ (II)】

塩化スズ (II)・塩酸試液 塩化スズ (II) 二水和物 10 g を量り、塩酸を加えて溶かして 100 mL とする。
密栓して保存する。

塩化スズ (II) 試液 塩化スズ (II) 二水和物 0.1 g を量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム
緩衝液 (0.2 mol/L) 6.2 mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~塩化第一コバルト 塩化コバルト (II) を見よ。~~

~~塩化第一スズ 塩化スズ (II) を見よ。~~

~~塩化第一スズ・塩酸試液、水溶性アサト用 塩化スズ (II) 40 g を量り、塩酸を加えて溶かして~~
~~100 mL とする。密栓して保存する。~~

~~塩化第一スズ試液~~ 塩化スズ (II)・硫酸試液 → 「塩化第二水銀 (II)」の前に移動

塩化第一スズ試液, 酸性塩化スズ (II) 試液 (酸性) 【酸性塩化第一スズ試液, 塩化第一スズ試液,
酸性】 塩化スズ (II) 二水和物 4 g を量り、無ヒ素塩酸 (無ヒ素) 125 mL を
加えて溶かして水を加えて 250 mL とし、共栓瓶に入れ、密栓して保存する。調製後 1 か月以内に
用いる。

☆ 塩化スズ (II)・硫酸試液 【塩化第一スズ試液】 塩化スズ (II) 二水和物 10
g を量り、硫酸 (3→200) を加えて溶かし、100 mL とする。

~~塩化第二水銀 (II) 塩化水銀 (II) を見よ。~~

~~塩化第二鉄 塩化鉄 (III) 6 水和物を見よ。~~

~~塩化第二鉄・塩酸試液 塩化鉄 (III)・塩酸試液を見よ。~~

☆ 塩化チタン (III) 溶液 塩化チタン (III) を見よ。TiCl₃ [塩化チタン (III) 溶液, K8401,
特級 ÷ 1961] [7705-07-9] 【三塩化チタン溶液】

~~本品は、暗紫色の液体である。~~

~~含量 20%以上~~

~~確認試験 本品に 10 倍量の水を加え、過酸化水素試液を少量ずつ加えるとき、液の紫色は退色し、~~
~~更に過酸化水素試液を加えるとき赤褐色を呈する。~~

~~定量法 本品約 3 g を精密に量り、酸素を含まない水 250 mL と塩酸 (2→3) 5 mL を加えて炭酸ガ~~
~~ス気流中で 0.2 mol/L 硫酸鉄 (III) アンモニウムで滴定する (指示薬 10% チオシアン酸アン~~
~~モニウム溶液)。~~

~~0.2mol/L硫酸鉄(III)アンモニウム 1 mL = 30.85mg TiCl_3~~

~~遮光した共栓瓶に保存する。~~

~~塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 6水和物を見よ。~~

☆塩化鉄(III) 六水和物 $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化鉄(III) 六水和物,~~ K8142, 特級, りん酸分析用] [10025-77-1] **【塩化第二鉄, 塩化鉄(III), 塩化鉄(III) 6水和物】**

塩化鉄(III)・塩酸試液 ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 5 gを量り, 塩酸 5 mL及び水を加えて溶かし, 100 mLとする。

10w/v%塩化鉄(III)・塩酸試液 塩化鉄(III) 六水和物 16.7 gを量り, 塩酸(2→3) 9 mL及び水を加えて溶かし, 水で100 mLとする。

塩化鉄(III) 試液 ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 9 gを量り, 水に溶かし, 水を加えて100 mLとする。

塩化鉄(III) 試液(トランスグルタミナーゼ活性試験用) 塩化鉄(III) 六水和物 5.0 gを量り, 塩酸試液(0.1mol/L)を加えて溶かし, 100 mLとする。この液, 塩酸(57→200)及びトリクロロ酢酸溶液(3→25)を等量量り, 混和する。

~~塩化鉄(III) 試液, 希~~ 0.2w/v%塩化鉄(III) 試液 **【希塩化鉄(III) 試液, 塩化鉄(III) 試液, 希】** 塩化鉄(III) 試液 2 mLを量り, 水を加えて100 mLとする。用時調製する。

~~塩化鉄(III) 6水和物~~ 塩化鉄(III) 六水和物 →「塩化鉄(III)・塩酸試液」の前に移動

~~塩化銅(II) 塩化銅(II) 2水和物を見よ。~~

~~塩化銅(II) 2水和物~~ 塩化銅(II) 二水和物 $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化銅(II) 二水和物,~~ K8145, 特級] [10125-13-0] **【塩化銅(II) 2水和物】**

塩化ナトリウム NaCl [K8150, 特級] [7647-14-5]

塩化ナトリウム(標準試薬標準物質) NaCl [容量分析用標準物質, K8005] [7647-14-5] **【塩化ナトリウム(標準試薬)】**

J I S K8005の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

塩化ナトリウム試液(2mol/L) 塩化ナトリウム 116.9 gを量り, 水を加えて溶かし, 1000 mLとする。

塩化ナトリウム試液(0.5mol/L) 塩化ナトリウム 29.2 gを量り, 水を加えて溶かし, 1000 mLとする。

塩化ニッケル(II) 六水和物 $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K8152, 特級] [7791-20-0]

~~塩化バリウム 塩化バリウム 2水和物を見よ。~~

~~塩化バリウム 2水和物~~ 塩化バリウム 二水和物 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [~~塩化バリウム 二水和物,~~ K8155, 特級] [10326-27-9] **【塩化バリウム 2水和物, 塩化バリウム】**

塩化ヒドロキシルアンモニウム HONH_3Cl [K8201, 特級] [5470-11-1] **【塩酸ヒドロキシルアミン】**

塩化1, 10-フェナントロリニウム一水和物 $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K8202, 特級] [3829-86-5]

塩化フェニルヒドラジニウム $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH}_2 \cdot \text{HCl}$ [K8203, 特級] [59-88-1] **【塩酸フェニルヒドラジン】**

☆塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液 **【塩酸フェニルヒドラジン・酢酸ナトリウム**

試液】 ~~塩酸フェニルヒドラジン~~塩化フェニルヒドラジニウム 0.5 g を量り、~~酢酸ナトリウム~~酢酸ナトリウム三水和物 溶液 (2→15) 10 ~~mL~~mL を加えて溶かす。必要があればろ過する。用時調製する。

~~塩化マグネシウム~~ ~~塩化マグネシウム 6 水和物~~ を見よ。

~~塩化マグネシウム 6 水和物~~塩化マグネシウム六水和物 $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ [~~塩化マグネシウム六水和物~~, K8159, 特級] [7791-18-6] **【塩化マグネシウム 6 水和物, 塩化マグネシウム】**

塩化マグネシウム試液 (0.1 mol/L) 塩化マグネシウム六水和物 20.3 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化マンガン (II) 四水和物 $\text{MnCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ [K8160, 特級] [13446-34-9]

塩化リチウム LiCl [~~塩化リチウム~~, K8162:1992] [7447-41-8]

本品は、白色の結晶又は小塊で、潮解性がある。

含量 本品を乾燥したものは、塩化リチウム (LiCl) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~mL に硝酸銀溶液 (1→50) 1 ~~mL~~mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、更にアンモニア水 (28) (2→5) 10 ~~mL~~mL を加えるとき、沈殿は溶ける。

乾燥減量 2.0%以下 (130°C, 42 時間)

定量法 130°Cで4時間乾燥した本品約 0.80.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~mL とする。

この液 20 ~~mL~~mL を正確に量り、水 50 ~~mL~~mL を加え、検液とする。0.1 mol/L 硝酸銀溶液 50 mL 40 mL を正確に量る。り、この液を、検液にかきを振り混ぜながら徐々に加え、硝酸 (1→3) 9 ~~mL~~mL 及びニトロベンゼン 3 ~~mL~~mL を加え、~~過量の硝酸銀を~~0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 3 mL)。終点は、液の色が無色から赤色になるときとする。別に空試験を行う。

0.1 mol/L ~~チオシアン酸アンモニウム溶液~~硝酸銀溶液 1 ~~mL~~mL = 4.239 mg LiCl

~~塩基性酢酸鉛試液~~ ~~酢酸鉛試液~~, ~~塩基性~~ を見よ。

塩基性硝酸ビスマス $\text{Bi}_5\text{H}_9\text{N}_4\text{O}_{22}$ [1304-85-4]

本品は、白色の微細な結晶性の粉末で、湿らせた青色リトマス紙 リトマス紙 (青色) を赤変する。

強熱残分 79.0~82.0%

~~塩基性フェノール・ニトロプルシド試液~~ ~~フェノール・ニトロプルシド試液~~, ~~塩基性~~ を見よ。

塩酸 HCl [K8180, 特級及びひ素分析用] [7647-01-0]

塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.1 mol/L)

第1液: 塩酸 9 mL に水を加え 1000 mL とする。

第2液: 酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

塩酸試液 (6 mol/L) 塩酸 540 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (4 mol/L) 塩酸 360 ~~mL~~mL を量り、水を加えて 1,000 ~~mL~~mL とする。

塩酸試液 (3 mol/L) 塩酸 270 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (2 mol/L) 塩酸 180 ~~mL~~mL を量り、水を加えて 1,000 ~~mL~~mL とする。

塩酸試液 (1 mol/L) 塩酸 90 ~~mL~~mL を量り、水を加えて 1,000 ~~mL~~mL とする。

塩酸試液 (0.5 mol/L) 塩酸 45 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (0.3 mol/L) 塩酸 27 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (0.2 mol/L) 塩酸 18 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (0.1 mol/L) 塩酸 9 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

塩酸試液 (0.05mol/L) 塩酸 4.5mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.02mol/L) 塩酸試液 (0.2mol/L) 100mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.01mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 100mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.025mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 250mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.004mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) を量り、水を加えて 25 倍容量に薄める。

塩酸試液 (0.001mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 10mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

~~塩酸、希 10%塩酸試液~~ → 「塩酸ジエタノールアミン」の前に移動

~~塩酸、精製塩酸 (精製)~~ HCl 【精製塩酸、塩酸、精製】 塩酸 (1→2) 1,000mL を量り、過マンガン酸カリウム 0.3g を加えた後蒸留し、初留液 250mL を捨て、次の留液 500mL をとる。

~~塩酸、無ヒ素塩酸 (無ヒ素)~~ HCl ~~-(塩酸、ヒ素分析用)-~~ 【K8180, ひ素分析用】 [7647-01-0]
【無ヒ素塩酸、塩酸、無ヒ素】

~~塩酸アクリフラビン~~アクリフラビン塩酸塩 → 「アクリル酸エステル系吸着用樹脂」の前に移動

~~塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5)~~ ~~酢酸アンモニウム 25g を量り、6mol/L 塩酸 45mL を加えて溶かして水を加えて 100mL とする。~~

☆10%塩酸試液 【塩酸、希、希塩酸】 塩酸 23.6mL を量り、水を加えて 100mL とする。~~(10%)~~

~~塩酸ジエタノールアミン 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩~~ → 「陰イオン交換樹脂、強塩基性」の前に移動

~~塩酸システイン~~ ~~システイン塩酸塩 1 水和物を見よ。~~

~~塩酸ジメチルアミン (CH₃)₂NH·H₂O·HCl~~ ~~本品は、白色の結晶で、潮解性があり、水には極めてよく溶ける。本品の融点は、170~172°Cである。~~

~~塩酸パラフェニレンジアミン~~ p-フェニレンジアミン二塩酸塩 → 「フェノール」の前に移動

~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ ~~塩化ヒドロキシルアンモニウムを見よ。~~

~~塩酸フェニルヒドラジン~~ ~~塩化フェニルヒドラジニウムを見よ。~~

~~塩酸フェニルヒドラジン・酢酸ナトリウム試液~~塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液
→ 「塩化マグネシウム」の前に移動

~~塩酸 N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル~~ α-N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル塩酸塩 → 「ペンタエリスリトール」の前に移動

遠心式限外ろ過ユニット 直径約 3cm 長さ 11~12cm のポリプロピレン製管に、分画分子量 3,000 の再生セルロース製膜を装着したもの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

塩素酸カリウム KClO₃ 【K8207, 特級】 [3811-04-9]

塩類試液 酢酸カルシウム一水和物 0.18g, 酢酸ナトリウム三水和物 2.72g 及び塩化ナトリウム 5.84g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とした後、酢酸 (1→10) 10mL を混和する。

~~黄色酸化第二水銀~~ ~~酸化第二水銀、黄色を見よ。~~

王水 塩酸 3 容量に硝酸 1 容量を混和する。用時調製する。

オキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 臭素・臭化カリウム試液、オキシエチレン測定用を見よ。

オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液、オキシエチレン測定用を見よ。

6, 6'-オキシピス (2-ナフタレンスルホン酸) 二ナトリウム C₂₀H₁₂Na₂O₇S₂ [61551-82-4]

本品は、類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (240nm 付近の極大吸収部) = 2,020 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、波長 220nm 及び 240nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 1.0mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 μ L を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(87)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、6, 6' -オキシピス (2-ナフトレンスルホン酸) ニナトリウムのピーク以外を認めない。

オクタコサン $C_{28}H_{58}$ [630-02-4]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 60.0~63.0

~~オクタデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

オクタン C_8H_{18} [111-65-9]

比重 d_4^{20} = 0.700~0.705

純度試験 本品 2 μ L につき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりオクタンの量を求めるとき、99.0%以上である。

オクタン酸 $CH_3(CH_2)_6COOH$ [124-07-2]

本品は、アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は、無~淡黄色で、澄明の液体である。

凝固点 15~17°C

1-オクタンスルホン酸ナトリウム $C_8H_{17}NaO_3S$ [5324-84-5]

本品は、白色の粉末である。

溶状 澄明 (1.1g, 50mL)

含量 98.0%以上

105°C で 2 時間乾燥した本品 0.4g を精密に量り、水 25mL を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウムで滴定する (指示薬 フェノールフタレイン溶液 2~3 滴)。終点は、液の色が微赤色を 15 秒間保つときとする。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1mL = 21.672 mg $CH_3(CH_2)_7SO_3Na$

~~オクチルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

☆ オクテニルコハク酸無水物 $C_{12}H_{18}O_3$ [26680-54-6] 【無水オクテニルコハク酸】

本品は、cis 及び trans 型 無水オクテニルコハク酸 オクテニルコハク酸無水物 の混合物である。

無～微黄色の液体である。

含量 本品は、無水オクタデシルコハク酸オクタデシルコハク酸無水物 ($C_{12}H_{18}O_3$) 95.0%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.468\sim 1.470$

比重 $d_{20}^{20}=1.025\sim 1.028$

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、200mL の共栓三角フラスコに入れる。0.5mol/Lメタノール製モルホリン溶液0.5mol/Lモルホリン・メタノール溶液 25mL を正確に加えて溶かし、1時間放置後、過量のもルホリンを 0.5mol/Lメタノール製塩酸溶液0.5mol/L塩酸・メタノール溶液 で滴定し、その消費量を S mL とする (指示薬 BANASS-ブリアントエロー試液)。終点は、液の赤色が青紫色になるときとする。別に空試験を行い、0.5mol/Lメタノール製塩酸溶液0.5mol/L塩酸・メタノール溶液 の消費量を B mL とし、次式により、含量を求める。

無水オクタデシルコハク酸オクタデシルコハク酸無水物 ($C_{12}H_{18}O_3$) の含有量 (%)

$$\frac{(B - S) \times 0.1051}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (％)}$$

~~オスミウム酸 OsO_4~~

~~本品は、白～黄色の結晶である。~~

~~含量 本品は、オスミウム酸 (OsO_4) 57.0%以上を含む。~~

~~溶状 澄明~~

~~本品 0.5 g を量り、共栓付試験管に入れ、水 15mL を加えて振り混ぜた後、一夜放置し、検液とする。~~

~~融点 $40\sim 43^\circ C$~~

~~定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、四塩化炭素 10mL、水 100mL 及び塩酸 (2→3) 3mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 1 g を加え、時々激しく振り混ぜながら 10 分間冷暗所に放置した後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点は、白金電極を用いた電位差計で確認する。
— 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 6.355mg OsO_4~~

オリブ油 酵素活性試験法に適するものを用いる。

オルシノールオルシノール水合物 $CH_3C_6H_3(OH)_2 \cdot H_2O$ [6153-39-5] 【オルシン、オルシノール】

本品は、無色の結晶で、空気中では酸化されて赤くなる。水、エタノールエタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶ける。~~オルシン・エタノール溶液は、用時調製する。~~

融点 $107\sim 108^\circ C$

オルシノール・エタノール試液 【オルシン・エタノール溶液 (1→10)】

オルシノール水合物 0.1 g を量り、エタノール (95) 1 mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~オルシン~~ ~~オルシノールを見よ。~~

☆オルト過ヨウ素酸 $HO_4 \cdot 2H_2O$ I(OH)₅O — [過よう素酸 (2 水和物), K8284 : 1978] — [K8284 はくえん酸水素二アンモニウム] [10450-60-9] 【過ヨウ素酸 2 水和物、過ヨウ素酸】

本品は、白色の潮解性の結晶である。又は結晶性の粉末で潮解性があり、水に溶けやすく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

含量 98.599.0%以上

確認試験 ~~本品の溶液に過剰の炭酸水素ナトリウムを加え、更にヨウ化カリウム溶液を加えるとき、ヨウ素を遊離する。~~ (1) 本品 2 g を水 20mL に溶かし、検液とする。検液 10mL に炭酸水素ナトリウム 0.1 g を加え、硝酸銀溶液 (1→50) 0.1mL を加えると、黒褐色の沈殿が生じる。

(2) 検液 10 mL に塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (1→10) 0.1mL を加えると黄褐色が現れる。

純度試験 (1) ~~他のハロゲン Cl として 0.010% 以下 本品 1.0 g に水 100mL を加え、過酸化水素 8mL 及びリン酸 1mL を加え、ヨウ素の色が完全に消えるまで穏やかに煮沸する。冷後、水で器壁を洗い、過酸化水素 0.5mL を加え穏やかに 10 分間加熱する。冷却し、水で正確に 100mL とする。この液 20mL をとり、硝酸 (1→3) 5mL、2 w/v % 硝酸銀溶液 1mL を正確に量って加え 15 分間放置した液の濁度は、塩化物イオン標準原液 1mL を正確に量り水 100mL を加えて同様に操作したものの濁度を超えない。~~

(2) ~~硫酸塩 SO_4 として 0.010% 以下 本品 1.0 g を量り、水 20mL、10 w/v % 炭酸ナトリウム溶液 0.2mL 及び塩酸 (2→3) 10mL を加え水浴上で蒸発乾固する。冷後、水 10mL 及び塩酸 (2→3) 5mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。ヨウ素の色が無くなるまで、この操作を繰り返す。塩酸 (2→3) 0.6mL と水を加えて正確に 50mL とする。この液 25mL を正確に量り、エタノール 3mL 及び 10 w/v % 塩化バリウム溶液 2mL を加え、一時間放置したものの濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、10 w/v % 炭酸ナトリウム溶液 0.1mL に塩酸 (2→3) 8mL を加え水浴上で蒸発乾固したものに、塩酸 (2→3) 0.3mL 及び硫酸イオン標準原液 0.5mL を正確に量って加え、水を加えて正確に 25mL とし、エタノール 3mL 及び 10 w/v % 塩化バリウム溶液 2mL を加え、一時間放置する。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 250mLとする。この液 25mLを正確に量り、200mL のヨウ素ビンフラスコに入れ、~~硫酸 (1→6) 5mL、~~水 30mL及び、ヨウ化カリウム 3 g 及び硫酸 (1→6) 5mLを加え、直ちに密栓をして穏やかに振り混ぜ、暗所に ~~15~~10分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 2.8493mg ~~$\text{HI} \cdot \text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$~~ $\text{I}(\text{OH})_5\text{O}$

~~オルトクレゾール O = クレゾールを見よ。~~

~~オルトトルエンスルホンアミド O = トルエンスルホンアミドを見よ。~~

~~オルトフェナントロリン 1, 10 = フェナントロリン 1 水和物を見よ。~~

~~オルトフェナントロリン試液 1, 10 = フェナントロリン試液~~ → 「1-フェニルアゾ-2-ナフトレノール」の前に移動

オレイン酸メチル $\text{C}_{19}\text{H}_{36}\text{O}_2$ [112-62-9]

本品は、無～微黄色の液体である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.452$

比重 $d_4^{20} = 0.88$

カードラン $(-\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5-)_n$

本品は *Alcaligenes faecalis* var. *myxogenes* によって生産される直鎖 β -1, 3-グルカン構造を持つ水不溶性の多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

海砂 ~~[K8222]~~

本品は、白色、灰色、褐色及び黒色などの粒の混ざったものである。

強熱減量 0.4%以下

定量法 恒量にしたるつぼ又は蒸発皿に本品約 1.0 g を精密に量り、100℃で 1 時間乾燥する。乾燥した本品を入れたるつぼ又は蒸発皿を 600～700℃に調節した電気炉に入れ、徐々に温度を上げて強熱する。2 時間強熱した後、るつぼ又は蒸発皿を速やかにデシケーターに移して放冷する。放冷後、デシケーターから取り出し、その質量を精密に量る。恒量になるまで、強熱を繰り返す。この場合、強熱時間は約 1 時間とする。

過塩素酸 HClO_4 [K8223, 特級] [7601-90-3]

☆加工デンプン用セモリブデン酸六アンモニウム試液 ~~モリブデン酸アンモニウム, 加工デンプン用セモリブデン酸六アンモニウム試液, 加工デンプン用~~を見よ。

加工デンプン用ニンヒドリン試液 ニンヒドリン試液, 加工デンプン用を見よ。

~~加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液~~加工デンプン用セモリブデン酸六アンモニウム試液
→「加工デンプン用ニンヒドリン試液」の前に移動

過酸化水素 H_2O_2 [過酸化水素水 (30%), K8230, 特級] [7722-84-1]

過酸化水素試液 日本薬局方オキシドールを用いる。

~~ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~ケイソウ土, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用シリカゲル~~シリカゲル, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂~~スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用ゼオライト~~ゼオライト, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~カゼイン, 乳製~~カゼイン (乳製) を見よ。

カゼイン (乳製) ~~[K8234]~~ [9005-46-3] 【乳製カゼイン, カゼイン, 乳製】

本品は、白～淡黄色の粉末又は小粒である。

確認試験 本品約 0.1 g を水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5 mL に溶かし、10w/v %硫酸銅 (II) 試液 1 滴を加えるとき、紫色を呈する。また、本品を燃やすとたん白質特有のにおいを発する。

純度試験 窒素含量 13.0～16.0% (乾燥後)

装置

概略は、次の図による。

A : ケルダールフラスコ (容量 300mL)

B : 連結導入管

C : すり合わせコック

D : 注入漏斗

E : ケルダール形トラップ球 (E' : 小孔)

F : 球管冷却器

G : 逆流止め (約 50mL)

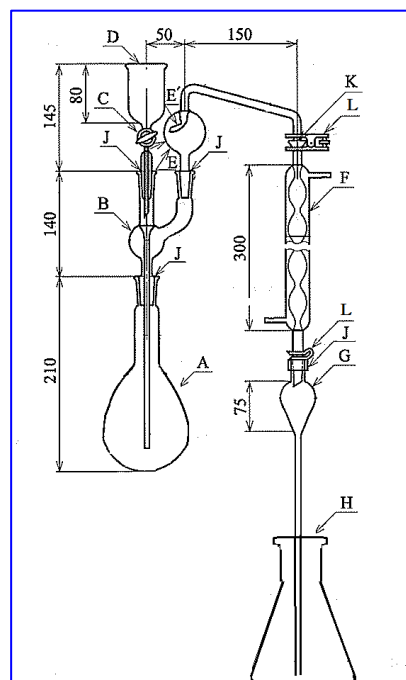
H : 受器 (三角フラスコ 300mL)

J : 共通すり合わせ

K : 共通テーパースリ合わせ

L : 抑えばね

105℃で乾燥した本品 0.15 g をケルダールフラスコ A に



量る。粉末にした硫酸カリウム 10 g に粉末にした硫酸銅 (II) 五水和物 1 g を加えてよく混合したもの 5.5 g 及び硫酸 20 mL を加え、ケルダールフラスコ A を約 45° に傾けて、内容物が淡緑色になるまで穏やかに加熱し、更に 3 時間加熱する。放冷後、水 150 mL を徐々に加える。沸騰石 2～3 粒を加え、蒸留装置に連結する。受器 H に吸収液 (0.05 mol/L 硫酸 20 mL を正確に量り、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液 0.2 mL 及び水 100 mL を加えたもの。) を入れ、逆流止め G の先端を浸す。水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 100 mL を注入漏斗 D から加える。注入漏斗 D を水 10 mL で洗い、すり合わせコック C を閉じる。ケルダールフラスコ A を徐々に加熱して蒸留し、初留約 100 mL を留出させる (ケルダールフラスコ内の内容物が突沸を始めたときには、そこで蒸留を止める。)。逆流止め G を液面から離し、球管冷却器 F 及び逆流止め G を装置から外し、少量の水を用いて洗う。これを 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の色が赤色から赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 1.4007 mg N

乾燥減量 14.0%以下 (1 g, 105°C, 2時間)

カゼイン試液 (pH2.0) ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105°C で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 1.2 g に相当する ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) を正確に量り、乳酸試液 12 mL 及び水 150 mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH2.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 200 mL にする。用時調製する。

カゼイン試液 (pH7.0) ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105°C で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 0.6 g に相当する ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) を正確に量り、0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 80 mL を加え、水浴中で 20 分間加温して溶解する。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH7.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 100 mL とする。用時調製する。

カゼイン試液 (pH8.0) ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105°C で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 1.2 g に相当する ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) を正確に量り、0.05 mol/L リン酸二ナトリウム溶液リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 160 mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) を加えて pH8.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 200 mL とする。用時調製する。

~~カゼイン製ペプトン ペプトン、カゼイン製を見よ。~~

活性炭 日本薬局方薬用炭を用いる。

(+) -カテキン, 定量用 $C_{15}H_{14}O_6 \cdot nH_2O$ [154-23-4]

本品は、白～うすい褐色又はうすい黄緑色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 5 mg に水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に対してバニリン・メタノール溶液 (1→25) 6 mL 及び塩酸 3 mL を加えて振り混ぜた液は、淡赤～赤色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 1690cm^{-1} , 1610cm^{-1} , 1520cm^{-1} , 1450cm^{-1} , 1350cm^{-1} , 1240cm^{-1} , 1150cm^{-1} , 1100cm^{-1} , 1040cm^{-1} , 830cm^{-1} 及び 770cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 溶状 無～黄色, 澄明 (50 mg, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 1 mL)

(2)類縁物質 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500 : 500 : 1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。別に検液 1 mL を正確に量り、水/メタノール/ギ酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークと溶媒ピークとを除くピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。無水物換算が必要な場合は換算する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 A 水/ギ酸混液 (1000 : 1)

移動相 B メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (1000 : 1)

濃度勾配 A : B (90:10) から (60 : 40) までの直線濃度勾配を 40 分間行う。

流量 主ピークの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(一) -カテキンガレート C₂₂H₁₈O₁₀ [130405-40-2]

本品は、白～淡黄又は淡赤色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験 (1) を準用する。

純度試験 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500 : 500 : 1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 μ L につき、定量用 (+) -カテキンの純度試験の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間までとする。

カテコール 1, 2-ベンゼンジオール → 「塩酸 N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル」の前に移動

カフェイン カフェイン水和物 C₈H₁₀N₄O₂ · H₂O [5743-12-4] 【カフェイン】

日本薬局方カフェイン水和物を用いる。

過マンガン酸カリウム KMnO₄ [K8247, 特級] [7722-64-7]

可溶性デンプン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

pH 4.5~7.5 (2%水溶液)

強熱残分 0.6%以下

乾燥減量 15%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2時間)

~~過ヨウ素酸~~ 過ヨウ素酸 2 水和物を見よ。

過ヨウ素酸カリウム KIO₄ [過よう素酸カリウム, K8249, 特級] [7790-21-8]

☆過ヨウ素酸ナトリウム NaIO₄ [過よう素酸ナトリウム, K8256, 特級] [7790-28-5] 【メタ過ヨウ素酸ナトリウム】

☆過ヨウ素酸ナトリウム試液 【メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液】 ~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~ 過ヨウ素酸ナトリウム 1.25 g を量り、水を加えて溶かして、100~~mL~~mL とする。

過ヨウ素酸ナトリウム試液, グリセリン用 ~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~ 過ヨウ素酸ナトリウム 6 g を量り、あらかじめ硫酸 (3 → 1,000) 12~~mL~~mL を新たに煮沸し冷却した水 38~~mL~~mL に加えた液に加えて

溶かし、新たに煮沸し冷却した水を加えて100mLとする。必要があればろ過する。

~~過ヨウ素酸2水和物~~ オルト過ヨウ素酸 → 「オルトクレゾール」の前に移動

ガラクトサン 本品は、ガラクトースを主体（80%以上）とする多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

ガラクトチオール $C_6H_{14}O_6$ [608-66-2]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明（1.0 g, 水 30mL）

融点 188～189℃

水分 0.5%以下（~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（2 g）

D-ガラクトツロン酸, 定量用 $C_6H_{10}O_7 \cdot H_2O$ [685-73-4]

本品は、白～微褐色の粉末である。

含量 98.0%以上

定量法 本品約0.3gを精密に量り、水50mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=21.215mg $C_6H_{10}O_7 \cdot H_2O$

~~過硫酸アンモニウム~~ ペルオキシ二硫酸アンモニウムを見よ。

カルバゾール $C_{12}H_9N$ [86-74-8]

本品は、白色の葉状若しくは板状の結晶又は粉末である。

含量 95.0%以上

定量法 本品約25mgを精密に量り、アセトンで正確に5mLとし、検液とする。検液を1μLを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からカルバゾールの含量を求める。なお、用いたアセトン1μLについて空試験を行って結果を補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm, 長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用5%フェニルポリシルフェニレンシロキサンを1.0μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 120℃で注入し、2分間保持した後、毎分10℃で200℃まで昇温し、200℃を10分間保持する。その後、毎分10℃で300℃まで昇温し、300℃を5分間保持する。

検出器温度 300℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス ヘリウム

流速 6 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:5

測定時間 35分

カルバゾール・エタノール試液 カルバゾール1.0gをエタノール(99.5)800mLに溶かす。

カルボキシメチルセルロース $(C_8H_{16}O_8)_x$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

カルボキシメチルセルロースナトリウム $[C_6H_7O_2(OH)_3 - x(OCH_2COONa)_x]_n$

x : 置換度 (エーテル化度)

n : 重合度

酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~カルボニル基除去メタノール~~ ~~メタノール~~, ~~カルボニル基除去を見よ。~~

N-カルボベンゾキシ-L-グルタミン-L-チロシン $C_{22}H_{24}N_2O_8$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

カロブビーンガム [9000-40-2] 「カロブビーンガム」

還元型グルタチオン $C_{10}H_{17}N_3O_6S$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -16 \sim -19^\circ$ (1 g, 水, 100mL)

乾燥減量 0.5%以下 (1.0 g, 減圧, 乾燥剤 酸化リン, 室温, 4時間)

強熱残分 0.2%以下

乾燥菌体 酵素活性試験法に適するものを用いる。

Bacillus subtilis K168 株を LB 培地 50mL で, 約 18 時間培養 (500mL 容三角フラスコ, 37°C, 毎分 160 回転) する。この培養液 10mL を LB 培地 500mL に植菌し, 4~5 時間培養 (3 L 容バツフル付き三角フラスコ, 37°C, 毎分 80 回転) する。波長 660nm における吸光度が約 1.8 になることを確認する。この培養液を遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10°C) し, 菌体を回収する。菌体を 50mL の水で洗浄した後, 遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10°C) し, 菌体を回収する。この菌体を 50mL のアセトンに均一に分散させ, 遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10°C) し, 菌体を回収する。同ジアセトン分散操作をもう一度繰り返す。得られたアセトン処理菌体を一晚室温で真空乾燥し, Bacillus subtilis K168 株のアセトン処理乾燥菌体とする。

LB 培地

トリプトン 1%

酵母エキス 0.5%

塩化ナトリウム 1%

pH 無調整。殺菌条件 : 121°C, 20 分

乾燥酵母 (グルカナゼ活性試験用) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

Candida utilis NBRC 0396 を培養し, 増殖した菌体を遠心分離により集め, 水で洗浄したのち, 凍結乾燥する。乾燥物を粉砕し, 粒子を揃える。

乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト, 乾燥用を見よ。

寒天 [K8263, 特級] [9002-18-0]

~~カンフル~~ $C_{10}H_{16}O$

~~日本薬局方 dl-カンフルを用いる。~~

カンペステロール $C_{28}H_{48}O$ [474-62-4]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品及びスチグマステロール 20mg にそれぞれアセトン 5mL を加えて溶かし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2 μ L ずつ量り, 「植物性ステロール (遊離体高濃度品)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき, 標準液のスチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 0.95 である。

融点 160~166°C

純度試験 確認試験の検液 2 μL につき、「植物性ステロール（遊離体高濃度品）」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、93.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

~~希塩化鉄（III）試液 塩化鉄（III）試液，希を見よ。~~

~~希塩酸 塩酸，希を見よ。~~

~~希酢酸 酢酸，希を見よ。~~

ギ酸 HCOOH [ぎ酸，K8264，特級] [64-18-6]

ギ酸エチル HCOOC₂H₅ [109-94-4]

無色透明な液体で，特有のにおいがある。

含量 本品は，ギ酸エチル (HCOOC₂H₅=74.08) 97%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.3595\sim1.3601$

比重 $d_4^{20}=0.915\sim0.924$

沸点 53～54℃

定量法 本品約 5.0 g を精密に量り，香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い，次式により含量を求める。

(けん化価－酸価)

$$\text{ギ酸エチル (HCOOC}_2\text{H}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{けん化価} - \text{酸価}}{561.1} \times 74.08 \text{ (\%)} \text{---}$$

~~ギ酸緩衝液 (pH2.5) ギ酸 4ml を量り，水 90ml を加え，アンモニア水で pH2.5 に調整した後，水を加えて 1,000ml とする。~~

ギ酸試液 (15mol/L) ギ酸 705 g を量り，水を加えて 1000mL とする。

ギ酸ナトリウム HCOONa [ぎ酸ナトリウム，K8267，特級] [141-53-7]

~~希硝酸 硝酸，希を見よ。~~

キシラン ポリ (β-D-キシロピラノース[1→4]) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

キシレノールオレンジ C₃₁H₃₀N₂Na₂O₁₃S [K9563，特級] [1611-35-4]

キシレノールオレンジ試液 キシレノールオレンジ 0.1 g を量り，水を加えて溶かし，~~て，~~ 100ml とする。

キシレン C₆H₄(CH₃)₂ [K8271，1級] [1330-20-7]

o-キシレン C₆H₄(CH₃)₂ [95-47-6]

無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.501\sim1.506$

比重 $d_4^{20}=0.875\sim0.885$

蒸留試験 143～146℃，95vol%以上

キシレンシアノール F F C₂₅H₂₇N₂NaO₆S₂ [K8272，特級] [2650-17-1]

キシロース C₅H₁₀O₅ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~希水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム試液，希を見よ。~~

キトサン ポリ (1→4) -β-D-グルコサミン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

キナルジンレッド C₂₁H₂₃IN₂ [117-92-0]

本品は，結晶性の粉末でエタノール (95) に溶けやすい。本品のメタノール溶液 (0.005→1,000)

は、526nm 付近に極大吸収部がある。また、当該極大吸収部で吸光度を測定するとき、0.5 以上である。

キナルジンレッド試液 キナルジンレッド 0.1 g を量り、酢酸 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。用時調製する。

キノリン C₉H₇N [K8279, 特級] [91-22-5]

~~希フェノールレッド試液—フェノールレッド試液, 希を見よ。~~

~~希メチレンブルー試液—メチレンブルー試液, 希を見よ。~~

~~強塩基性陰イオン交換樹脂—陰イオン交換樹脂, 強塩基性を見よ。~~

~~強塩基性陰イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用~~ **液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂** →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

☆**強塩基性陰イオン交換樹脂** 【陰イオン交換樹脂, 強塩基性】 本品は、強塩基性のポリスチレンの4級アンモニウム塩で、黄～黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい600μmを通過し、標準網ふるい425μmをほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に30分間浸した後、内径約2.5cmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム溶液(1→25)2,000 ~~mL~~ mLを注ぎ、1分間約30 ~~mL~~ mLの速さで流出させる。これを洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10 ~~mL~~ mLを量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L塩酸70 ~~mL~~ mLを1分間約2 ~~mL~~ mLの速さで流出させた液はpH4.0～8.0である。

~~強酢酸第二銅試液—酢酸銅(II)試液, 強を見よ。~~

~~強酸性陽イオン交換樹脂—陽イオン交換樹脂, 強酸性を見よ。~~

~~強酸性陽イオン交換樹脂(微粒)—陽イオン交換樹脂, 強酸性(微粒)を見よ。~~

☆**強酸性陽イオン交換樹脂** 【陽イオン交換樹脂, 強酸性】 本品は、強酸性のポリスチレンスルホン酸のナトリウム塩で、淡黄～黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい600μmを通過し、標準網ふるい425μmをほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に30分間浸した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸(1→4)250 ~~mL~~ mLを注ぎ、1分間約4 ~~mL~~ mLの速さで流出させた後、洗液がブロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10 ~~mL~~ mLを量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液80 ~~mL~~ mLを1分間約2 ~~mL~~ mLの速さで流出させた液はpH5.0～6.5である。

~~強酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用~~ **液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂** →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

☆**強酸性陽イオン交換樹脂(微粒)** 【陽イオン交換樹脂(微粒), 強酸性】 本品は、強酸性のポリスチレンスルホン酸の水素イオン型で、淡黄～黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい150μmを通過し、標準網ふるい75μmをほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に約1時間浸し、その上澄液が澄明になるまで2～3回傾斜した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸(1→4)250 ~~mL~~ mLを注ぎ、1分間約4 ~~mL~~ mLの速さで流出させた後、洗液がブロモクレゾールグリーン試

液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂 10 ~~mL~~ を量り、内径 15mm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 80 ~~mL~~ を 1 分間約 2 ~~mL~~ の速さで流出させた液は pH4.0～6.5 である。

~~強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体—リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO₃H₂型)、強酸性を見よ。~~

☆強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO₃H₂型) 【強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体、リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO₃H₂型)、強酸性】 多孔性を有するセルロースにリン酸基を導入した強酸性陽イオン交換体を用いる。

~~希硫酸—硫酸、希を見よ。~~

5′-グアニル酸二ナトリウム 5′-グアニル酸二ナトリウム n 水和物 C₁₀H₁₂N₅Na₂O₈P · 4～7 H₂O [5550-12-9] 【5′-グアニル酸二ナトリウム】「5′-グアニル酸二ナトリウム」グアノシン 2′-及び 3′-リン酸ナトリウムの混合物 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~クエン酸—クエン酸 1 水和物を見よ。~~

クエン酸 1 水和物クエン酸一水和物 H₃C₆H₅O₇ · H₂O [くえん酸一水和物, K8283, 特級] [5949-29-1] 【クエン酸 1 水和物, クエン酸】

クエン酸・塩酸緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：塩酸 9 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

第 2 液：クエン酸水素二ナトリウム水 (2/3) 26.3 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

~~クエン酸緩衝液—~~

~~第 1 液：クエン酸 21 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。~~

~~第 2 液：リン酸二ナトリウム 28.4 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とする。~~

~~第 1 液 11 容量と第 2 液 389 容量とを混和する。~~

クエン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：クエン酸一水和物 21.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第 2 液：クエン酸三ナトリウム二水和物 29.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

クエン酸緩衝液 (0.05mol/L)

第 1 液：クエン酸一水和物 10.5 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第 2 液：クエン酸三ナトリウム二水和物 14.7 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

クエン酸緩衝液 (pH2.2) ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 1.4 g, クエン酸クエン酸一水和物 13 g 及び塩化ナトリウム 10.9 g を量り、合わせ、水を加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ とする。

クエン酸緩衝液 (pH3.0)

第 1 液：~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 21 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ とする。

第 2 液：~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12 水 71.6 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ とする。

第1液 159 容量と第2液 41 容量とを混和する。

クエン酸緩衝液 (pH5.0)

第1液：~~クエン酸~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第2液：~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第1液 97 容量と第2液 103 容量とを混和する。

クエン酸緩衝液 (pH5.28) ~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 34.3 g を量り，水 400mL を加えて溶かし，塩酸 7.5mL，ベンジルアルコール 5 mL 及び水を加えて ~~1,000mL~~ とした後，塩酸 (1→4) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で pH5.28±0.03 に調整する。

クエン酸緩衝液 (pH6.0)

第1液：~~クエン酸~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第2液：~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第1溶液 72 容量と第2液 128 容量とを混和する。必要ならば，更にいずれかの液を加えて pH6.0 に調整する。

クエン酸緩衝液 (pH7.0)

第1液：~~クエン酸~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第2液：~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第1液 35 容量と第2液 165 容量とを混和する。必要ならば，更にいずれかの液を加えて pH7.0 に調整する。

☆クエン酸三ナトリウム二水和物 $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [くえん酸三ナトリウム二水和物，K 8288，特級] [6132-04-3] 【クエン酸三ナトリウム2水和物，クエン酸ナトリウム，クエン酸三ナトリウム】

クエン酸三ナトリウム試液 (1 mol/L) クエン酸三ナトリウム二水和物 294 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2 mol/L) クエン酸一水和物 42 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて1000mL とする。

~~クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH5.0)~~クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1 mol/L) ~~クエン酸一水和物~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水 500mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で ~~pH5.0~~，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて1,000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05 mol/L, pH5.0, システイン含有) クエン酸一水和物 10.5 g，ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→100) 0.23 g 及びL-システイン 3.0 g を量り，約 900mL の水に溶かし，水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で pH5.0 に調整し，水を加えて1000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02 mol/L) クエン酸一水和物 4.2 g を量り，水 500mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて1000mL とする。

クエン酸水素二ナトリウム一水 (2/3) $2\text{NaOCCOCH}_2\text{C}(\text{OH})(\text{COOH})\text{CH}_2\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

クエン酸水素二アンモニウム $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$ [くえん酸水素二アンモニウム, K8284, 特級] [3012-65-5]

クエン酸銅試液, アルカリ性クエン酸銅 (II) 試液 (アルカリ性) 【クエン酸銅試液, アルカリ性, アルカリ性クエン酸銅試液】 ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 173 g 及び ~~炭酸ナトリウム~~ 炭酸ナトリウム十水和物 117 g を量り, 水 100 ~~mL~~ mL を加え, 加熱して溶かし, 必要があればろ過する。この液を, あらかじめ 硫酸銅硫酸銅 (II) 五水和物 17.3 g を量り, 水 700 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液にかき混ぜながら徐々に加えた後, 冷却し, 水を加えて 1,000 ~~mL~~ mL とする。

~~クエン酸ナトリウム—クエン酸三ナトリウム二水和物を見よ。~~

~~クエン酸三ナトリウム—クエン酸三ナトリウム二水和物を見よ。~~

~~クエン酸三ナトリウム二水和物~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 → 「クエン酸三ナトリウム試液 (1mol/L)」の前に移動

クエン酸用プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー試液, クエン酸用を見よ。

クエン酸・リン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液: クエン酸一水和物 21.0 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第2液: リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

~~クペロン $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$ [K8289]~~

~~クペロン試液~~ ~~クペロン 6 g を量り, 水を加えて溶かし, 100mL とする。用時調製する。~~

グラファイトカーボンミニカラム (500mg) 内径 10~15mm のポリエチレン製のカラム管に, グラファイトカーボン 0.5 g を充てん 填 したもの, 又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

グリシン $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ [K8291, 特級] [56-40-6]

グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.25mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) グリシン 18.8 g 及び塩化ナトリウム 14.6 g を量り, 水 700mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH 10.0 に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.025mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) グリシン 1.88 g 及び塩化ナトリウム 1.46 g を量り, 水 700mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) で pH 10.0 に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

クリスタルバイオレット $\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClN}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ [K8294, 特級] [548-62-9]

クリスタルバイオレット・酢酸試液 クリスタルバイオレット ~~0.050g~~ 50mg を量り, 酢酸 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。

グリセリン $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ [K8295, 特級] [56-81-5] 【グリセロール】

グリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム試液, グリセリン用を見よ。

グリチルリチン酸, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

白色の結晶性の粉末で, 特異な甘味がある。熱湯又はエタノール (95) に溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 213~218°C (分解)

純度試験 類縁物質 本品 ~~0.010g~~ 10mg を水/エタノール (95) 混液 (1:1) 5 ~~mL~~ mL に溶かし, 検液とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水/エタノール (95) 混液 (1:1) を加えて正確に

100-~~ml~~μLとし、対照液とする。検液及び対照液 10-~~μl~~μLにつき、「カンゾウ抽出物」の確認試験を準用し、試験を行うとき、検液から得た Rf 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは、対照液から得たスポットより濃くない。

グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド、定量用 $C_{36}H_{54}O_{10}$ [34096-83-8]

本品は、白色の結晶である。

純度試験 (1) 本品 1 mg を量り、エタノール(95) (1→2) 4 mL に溶かし、検液とする。検液 2 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (7:2:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (主波長 254nm) 下で観察するとき、スポットの数は 1 個である。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を担体とし 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(2) 本品 1 mg を量り、移動相 0.2 mL に溶かし、検液とする。検液 2 μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からグリチルレチン酸 3-O-グルクロニドの含量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の 3 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル (HPLC用) /酢酸 (54:45:1)

流量 1.0 mL/分

乾燥減量 1%以下 (デシケーターで減圧, 2 時間)

β-グルカン (大麦由来) ($C_6H_{10}O_5$)_n 本品は大麦から得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

グルコアミラーゼ 本品は、*Aspergillus niger* から得られた、白～褐色の粉末又は淡黄～濃褐色の液体である。においはないか又は特異なにおいがある。本品の 1 単位は、デンプンを基質として、pH4.5, 40°Cにおいて 60 分間に 1 mg の D-グルコースを生成する酵素量とする。

☆ D (+) -グルコース $C_6H_{12}O_6$ [K8824] [50-99-7] 【ブドウ糖】

日本薬局方ブドウ糖を用いる。

グルコースオキシダーゼ 本品は、*Penicillium* 属から得られた、白色の粉末である。本品の 1 単位は、D-グルコースを基質として、pH7.0, 25°Cにおいて 1 分間に 1 μmol の D-グルコノ-1, 5-ラク톤を生成する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ (Aspergillus 由来) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、Aspergillus 属から得られたものである。本品の 1 単位は、D (+) -グルコースを基質として、pH7.0, 37°Cにおいて 1 分間に 1 μmol の D (+) -グルコースを酸化する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ (Aspergillus niger 由来) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、Aspergillus niger から得られたものである。本品の 1 単位は、D (+) -グルコースを基質とし、pH5.1, 35°Cにおいて、1 分間に 1 μmol の D-グルコノラクトンと過酸化水素に酸化する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ試液 グルコースオキシダーゼ (*Aspergillus niger* 由来) 9000~15000 単位, パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピロガロール基質) 1000~3000 単位, 2, 2'-アジノビス (3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム) 1.00 g を量り, pH 7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし, 1000mL とする。

D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) グルコースオキシダーゼ (*Aspergillus* 由来) 550 単位, パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピロガロール基質) 125 単位を量り, pH7.2 のトリス・リン酸緩衝液 40mL を加えて溶かし, 0.4w/v% 4-アミノアンチピリン溶液 1mL 及びフェノール溶液 (1→20) 1.4mL を加えた後, pH7.2 のトリス・リン酸緩衝液を加え 50mL とする。用時調製する。

D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) ヘキソキナーゼ, グルコース-6-リン酸デヒドロゲナーゼ, アデノシン三リン酸, 及びニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) を含むグルコース測定用試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) ムタロターゼ (ブタ腎臓由来), グルコースオキシダーゼ (*Penicillium* 属由来), パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来), アスコルビン酸オキシダーゼ (カボチャ由来), 4-アミノアンチピリン及びフェノールを含むD-グルコース測定用試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-グルコース定量用発色試液 フェノール 0.50 g, ムタロターゼ 130 単位, グルコースオキシダーゼ 9,000 単位, ペルオキシダーゼ 650 単位及び4-アミノアンチピリン 0.1 g をリン酸緩衝液 (pH7.1) に溶かし, 正確に 1,000mL とする。2~10°C で保存し, 1か月以内に使用する。

α -D-グルコース 1, 6-ニリン酸カリウム塩 n 水和物 $C_6H_{10}K_4O_{12}P_2 \cdot nH_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-グルコース・D-フルクトース測定用試液 ヘキソキナーゼ, グルコース-6-リン酸脱水素酵素, トリエタノールアミン緩衝液 (pH7.6), ニコチンアミドアデニンジヌクレオチドリリン酸 (酸化型), アデノシン三リン酸及び硫酸マグネシウムを含む試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

α -D-グルコース 1-リン酸測定用試液 β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) 0.199 g, 塩化マグネシウム六水和物 0.305 g, α -D-グルコース 1, 6-ニリン酸カリウム塩 n 水和物 0.51mg を量り, 水 50mL 及びトリス緩衝液 (0.05mol/L, pH7.0) 40mL を加えて混和し, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.2mol/L) 1.5mL, ホスホグルコムターゼ 0.3mL 及びグルコース-6-リン酸脱水素酵素 0.4mL を添加した後, 水を加えて 100mL とする。

グルコース-6-リン酸脱水素酵素 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, *Leuconostoc mesenteroides* から得られたものである。本品の 1 単位は, グルコース-6-リン酸と β -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) を基質として, 25°C, pH7.8 において, 1 分間に 1 μ mol のグルコース-6-リン酸を酸化する酵素量とする。

本品は, 1 μ L 当たり 1 単位の活性を有し, 比活性は 1 mg 当たり 550 単位である。本品は, 3.2mol/L 硫酸アンモニウムを含む。

グルタミルバリルグリシン, 定量用 $C_{12}H_{21}N_3O_6$ 本品は, 白~淡赤色の粉末である。

含量 本品を乾燥物換算したものは, グルタミルバリルグリシン ($C_{12}H_{21}N_3O_6$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 3,321cm

$^{-1}$, $3,282\text{cm}^{-1}$, $1,712\text{cm}^{-1}$, $1,654\text{cm}^{-1}$, $1,619\text{cm}^{-1}$ 及び $1,541\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 0.50%以下

本品 25mg を量り、水を加えて溶かして 25mL とし、検液とする。検液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20 μ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の主ピーク以外のピークの面積及び比較液の主ピークの面積を測定し、次式より類縁物質の量を求める。

検液の主ピーク以外のピークの合計面積

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{\text{検液の主ピーク以外のピークの合計面積}}{\text{比較液の主ピークの面積}}$$

操作条件 「グルタミルバリルグリシン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 1時間)

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かし、酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/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、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 30.33 mg $\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_6$

L-グルタミル-L-チロシル-L-グルタミン酸 $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_9$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

L (+) -グルタミン $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

L-グルタミン酸, 定量用 $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ L-グルタミン酸 [K9047, 特級] [56-86-0]

L-グルタミン酸測定用試液 L-グルタミン酸オキシダーゼ (*Streptomyces* 属由来), パーオキシダーゼ, 4-アミノアンチピリン及びN-エチル-N-(2-ヒドロキシ-3-スルホプロピル)-3, 5-ジメチルアニリンナトリウム塩を含むL-グルタミン酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~L-グルタミン酸ナトリウム L-グルタミン酸ナトリウム1水和物を見よ。~~

~~L-グルタミン酸ナトリウム1水和物~~ L-グルタミン酸ナトリウム1水和物 $\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [6106-04-3] 【L-グルタミン酸ナトリウム1水和物, L-グルタミン酸ナトリウム】 「L-グルタミン酸ナトリウム」

グルタル酸 $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$ [110-94-1]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に溶ける。

融点 95~99°C

クレアチン-水和物 $\text{C}_4\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~p-クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンを見よ。~~

クレシジンアゾシェファー塩色素 $\text{C}_{18}\text{H}_{15}\text{N}_2\text{NaO}_5\text{S}$ 本品は、6-ヒドロキシ-5-(2-メトキシ-5-メチルフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムで、赤色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (500nm 付近の極大吸収部) = 597 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、波長 498～502nm に極大吸収部がある。

純度試験 他の色素 A 液 1.0mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(65)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンアゾジェファー塩色素のピーク以外を認めない。

クレシジンスルホン酸アゾ G 塩色素 $C_{18}H_{13}N_2Na_3O_{11}S_3$ 本品は、7-ヒドロキシ-8-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-1,3-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウムで、だいたい赤色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (500nm 付近の極大吸収部) = 461 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、吸光度を測定する。 波長 498～502nm に極大吸収部がある。

純度試験 他の色素 A 液 1.0mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(65)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンスルホン酸アゾ G 塩色素のピーク以外を認めない。

クレシジンスルホン酸アゾ R 塩色素 $C_{18}H_{13}N_2Na_3O_{11}S_3$ 本品は、3-ヒドロキシ-4-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-2,7-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウムで、赤褐色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (515nm 付近の極大吸収部) = 494 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、波長 513～517nm に極大吸収部がある。

純度試験 他の色素 A 液 1.0mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(65)に規定するに規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンスルホン酸アゾ R 塩色素のピーク以外を認めない。

クレシジンスルホン酸アゾ β-ナフトール色素 $C_{18}H_{15}N_2NaO_5S$ 本品は、4-(2-ヒドロキシ-1-ナフチルアゾ)-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸一ナトリウムで、赤褐色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (501nm 付近の極大吸収部) = 644 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その~~0.0100g~~約10mgを精密に量り、メタノール5mLを加えて溶かし、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとした液は、波長499～503nmに極大吸収部がある。

純度試験 他の色素 A液1.0mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色40号中の純度試験(65)に規定するに規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素のピーク以外を認めない。

~~m-クレゾール~~ $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ [K4305]

~~o-クレゾール~~ $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ [K8304]

p-クレゾール $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ [K8306, 特級] [106-44-5] 【パラクレゾール】

クレゾールレッド $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$ [K8308, 特級] [1733-12-6]

クレゾールレッド・チモールブルー試液 クレゾールレッド0.1g及びチモールブルー0.3gを量り、合わせ、エタノール(95)100mLを加えて溶かし、更に水を加えて400mLとする。必要があればろ過する。

~~クロマトグラフィー用ケイソウ土~~ ケイソウ土, ~~クロマトグラフィー用~~を見よ。

クロム酸カリウム K_2CrO_4 [K8312, 特級] [7789-00-6]

~~クロモトロープ酸~~ ~~クロモトロープ酸二ナトリウム2水和物~~を見よ。

クロモトロープ酸試液 ~~クロモトロープ酸二ナトリウム2水和物~~クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物0.5gを量り、硫酸(10→15, 2→3)を加え50mLとし、振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を用いる。用時調製する。

~~クロモトロープ酸二ナトリウム~~ ~~クロモトロープ酸二ナトリウム2水和物~~を見よ。

クロモトロープ酸二ナトリウム2水和物クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物 $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [~~クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物~~, K8316, 特級] [5808-22-0] 【クロモトロープ酸, クロモトロープ酸二ナトリウム2水和物】

~~クロラミンT~~ ~~p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム3水和物~~を見よ。

クロラミンT試液 p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 →**トレハロース二水和物の前に移動。**

クロラムフェニコール $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_5$ [56-75-7]

日本薬局方クロラムフェニコールを用いる。

クロロゲン酸-水(2/1) $2\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$ 5-カフェオイルキナ酸-水(2/1) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆**1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン** $\text{C}_6\text{H}_3(\text{NO}_2)_2\text{Cl}$ [~~1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン~~, K8478] [97-00-7] 【**2, 4-ジニトロクロロベンゼン**】

本品は、淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、ジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

含量 99.0%以上

定量法 本品1gを量り、アセトンで正確に10mLとしたものを検液とする。検液及びアセトンそ

れぞれ1 μL 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。検液注入後、測定時間に現れる、アセトン由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼンのピーク面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5.0 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 150 $^{\circ}\text{C}$ で注入し毎分10 $^{\circ}\text{C}$ で250 $^{\circ}\text{C}$ まで昇温し、250 $^{\circ}\text{C}$ で10分間保持する。

注入口温度 280 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 280 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス ヘリウム

流量 3 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 45

測定時間 20分

クロロホルム CHCl_3 [K8322, 特級] [67-66-3]

~~クロロホルム, エタノール不含~~ クロロホルム (エタノール不含) CHCl_3 【エタノール不含クロロホルム, クロロホルム, エタノール不含】 クロロホルム20 mL を量り、水20 mL を加えて3分間穏やかによく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、更に水20 mL ずつを加えて同様の操作を2回繰り返す。クロロホルム層を乾燥ろ紙でろ過し、~~無水硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム 5 gを加えて5分間よく振り混ぜ、2時間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。

クロロホルム, 水分測定用 ~~クロロホルム1,000 mL に乾燥用合成ゼオライト30 gを加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約8時間放置し、更に約16時間静置後、澄明なクロロホルムを分取する。湿気を避けて保存する。本品1 mL 中に水分は0.1 mg 以下とする。~~

クロロホルム 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト30 gを加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約8時間放置し、更に約16時間静置後、澄明なクロロホルムを分取する。湿気を避けて保存する。本品1 mL 中に水分は0.1 mg 以下とする。

~~クロロホルム, 無水 CHCl_3 クロロホルム20 mL を量り、水20 mL を加えて3分間穏やかによく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、更に水20 mL ずつを加えて同様の操作を2回繰り返す。クロロホルム層を乾燥ろ紙でろ過し、新たに強熱した無水炭酸カリウム5 gを加えて密栓し、遮光して一夜放置した後、乾燥ろ紙でろ過し、ろ液をなるべく遮光して蒸留する。~~

~~ケイソウ土, ガスクロマトグラフィー用~~ ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~ケイソウ土, クロマトグラフィー用~~ クロマトグラフィー用ケイソウ土 →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

1-ケストース $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_{16}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

結晶セルロース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ゲニポシド $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{O}_{10}$ [24512-63-8]

本品は、白色の結晶 ~~また~~ 又は 結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品約5 mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に10 mL とする。この液

1 mL を正確に量り、メタノールを加えて 10 mL とした液の吸光度を測定するとき、波長 238nm 付近に極大吸収部がある。

~~純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (240nm 付近の極大吸収部) = 249~269~~

本品約 ~~0.01g~~ 10mg を精密に量り、メタノール (1→2) を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液の 240nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

~~純度試験 (2) 類縁物質~~ 本品約 ~~0.01g~~ 10mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、検液とする。検液 2 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 238nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル混液 (17:3)

流量 ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

合成ゼオライト, 乾燥用

6 (Na₂O) · 6 (Al₂O₃) · 12 (SiO₂) と 6 (K₂O) · 6 (Al₂O₃) · 12 (SiO₂) の混合物で乾燥用として製造したもの。通例、結合剤を加えて直径約 2mm の球状に成形したものをを用いる。白色~灰白色であるが、水分の吸着によって変色する変色料を加えたものもある。平均細孔径は約 0.3nm, 表面積は 1 g につき 500~700m² である。

強熱減量 2.0% 以下 (2 g, 550~600°C, 4 時間, 放冷はデシケーター (酸化リン (V)))

酵素活性測定用アスパラギナーゼ アスパラギナーゼ, 酵素活性測定用を見よ。

酵母エキス

~~適当な条件下で酵母 (Saccharomyces) の産出物のペプトンのような総水溶性物質を澄明液とし、蒸発乾燥し、粉末としたもので、本品 1 g は原料酵母 7.5 g 以上から得たものである。帯赤黄~褐色の粉末で腐敗臭のない特異なにおいがある。水に溶けて黄~褐色の弱酸性の液となる。本品には特別に炭水化物を加えない。~~

~~純度試験 (1) 塩化物 5% 以下 (NaCl として)~~

~~(2) 凝固性たん白質 本品の水溶液 (1→20) を沸騰するまで加熱するとき、沈殿を生じない。
乾燥減量 5% 以下 (105°C, 恒量)~~

~~強熱残分 15% 以下 (0.5 g)~~

~~窒素含量 7.2~9.5% (105°C, 恒量, 乾燥後, 窒素定量法)~~

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。

~~コバルト亜硝酸ナトリウム~~ ~~ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~ を見よ。

~~コバルト亜硝酸ナトリウム試液~~ ~~ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液~~ → 「1-ヘキサニール」の前に移動

コリンオキシダーゼ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, *Alcaligenes* sp. から得られたものである。本品の1単位は, コリンを基質として, pH8.0, 37°Cにおいて, 1分間に1 μ molの過酸化水素を生成する酵素量とする。

コレスタノール $C_{27}H_{48}O$ 5 α -コレスタン-3 β -オール [80-97-7]

本品は白色の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし, スチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約0.79である。

融点 133~138°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

5 α -コレスタン $C_{27}H_{48}$ [481-21-0]

本品は白~乳白色の粉末である。

含量 97.0%以上

確認試験 本品及びスチグマステロール0.1gをそれぞれ酢酸エチル100mLに溶かし, 検液及び標準液とする。これらの液各2 μ Lにつき, 「植物性ステロール(遊離体高濃度物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき, スチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約0.53である。

融点 77~83°C

定量法 確認試験の検液2 μ Lにつき, 「植物性ステロール(遊離体高濃度物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し, 面積百分率法により主ピークの量を求める。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の3倍までとする。

コレステロール コレステロール, 定量用を見よ。

コレステロール, 定量用 $C_{27}H_{46}O$ [57-88-5]

含量 90.0%以上

本品は, 白~わずかに淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき, 波数3420 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} , 1470 cm^{-1} , 1380 cm^{-1} , 1060 cm^{-1} , 1020 cm^{-1} , 960 cm^{-1} , 840 cm^{-1} 及び800 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比旋光度 $[\alpha]_D^{25} = -34 \sim -39^\circ$ 本品を乾燥し, その約0.5gを精密に量り, 1, 4-ジオキサンを加えて正確に25mLとし, 旋光度を測定する。

融点 146~149°C

純度試験 酸 本品1gにエタノール(95)/ジイソプロピルエーテル混液(1:1)50mL, フェノールフタレイン試液3滴を加え, 0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液を淡赤色になるまで加えた後, 直ちに栓をして振り混ぜ, 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.2mLを加えるとき, 検液は淡赤~赤色を示す。

乾燥減量 0.2%以下 (1g, 105°C, 2時間)

定量法 本品0.1gを量り, ピリジン1mLを加えた後, *N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド0.5mLを注射器を用いてすばやく加え, 水浴中で5分間加熱したものを検液とする。別に同一条件で空試験液を調製する。検液及び空試験液それぞれ1 μ Lを量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のコレステロールのピーク面積と総ピーク面積から,

コレステロールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ約 30m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 300 $^{\circ}$ C

注入口温度 300 $^{\circ}$ C

検出器温度 300 $^{\circ}$ C

キャリアガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

測定時間 主ピークの保持時間の 3 倍までの時間とする。

再蒸留水 蒸留水を総硬質ガラス製の蒸留装置で蒸留する。

酢酸 CH_3COOH [K8355, 特級] [64-19-7]

~~酢酸, 希酢酸試液 (1 mol/L) → 「酢酸試液 (0.75 mol/L)」の前に移動~~

酢酸, 非水滴定用 酢酸 1,000~~mL~~を量り, ~~三酸化クロム~~酸化クロム (VI) 5 g を加え, 一夜放置した後, ろ過して蒸留し, 115 $^{\circ}$ C 以上の留分に無水酢酸 20 g を加え, 再蒸留し, 117~118 $^{\circ}$ C で定沸点になった留分をとる。

~~酢酸亜鉛 酢酸亜鉛 2 水和物を見よ。~~

☆酢酸亜鉛二水和物 $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [~~酢酸亜鉛二水和物~~, K8356, 特級] [5970-45-6] 【酢酸亜鉛, 酢酸亜鉛 2 水和物】

酢酸亜鉛試液 ~~酢酸亜鉛 2 水和物~~酢酸亜鉛二水和物 120 g を量り, 水 880~~mL~~に溶かし, 使用前に定量用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。

~~酢酸亜鉛 2 水和物~~酢酸亜鉛二水和物 → 「酢酸亜鉛試液」の前に移動

酢酸アンモニウム $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ [K8359, 特級] [631-61-8]

~~酢酸アンモニウム緩衝液 酢酸アンモニウム 77 g を量り, 酢酸 10~~mL~~ 及び水を加えて溶かして 1,000~~mL~~ とする。~~

~~酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.0)~~

~~第 1 液: 酢酸アンモニウム 10 g を量り, 水を加えて溶かして 100~~mL~~ とする。~~

~~第 2 液: 酢酸 31.0 g に水を加えて 100~~mL~~ とする。~~

~~第 1 液と第 2 液とを混和し, 両液を用いて pH3.0 に調整する。~~

酢酸アンモニウム試液 (0.1 mol/L) 酢酸アンモニウム 7.7 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) 酢酸アンモニウム 1.54 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

酢酸アンモニウム試液 (0.01 mol/L) 酢酸アンモニウム 0.77 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液 酢酸アンモニウム 1.54 g 及びテトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物 3.22 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

~~酢酸イソアミル 酢酸 3-メチルブチルを見よ。~~

酢酸エチル $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ [K8361, 特級] [141-78-6]

酢酸・塩化カリウム・硫酸亜鉛試液 塩化カリウム 70 g 及び硫酸亜鉛七水和物 20 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、酢酸 200mL を加え、水で 1000mL とする。

酢酸カリウム CH_3COOK [K8363, 特級] [127-08-2]

~~酢酸カルシウム 酢酸カルシウム 1水和物を見よ。~~

酢酸カルシウム 1水和物 酢酸カルシウム 1水和物 $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [酢酸カルシウム 1水和物, K8364, 特級] [62-54-4] 【酢酸カルシウム 1水和物, 酢酸カルシウム】

酢酸カルシウム試液 (0.2mol/L) 酢酸カルシウム 1水和物 35.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

酢酸緩衝液 ~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム 82 g を量り、水 140mL を加えて溶かし、酢酸 25mL 及び水を加えて 250mL とした後、酢酸又は ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物溶液 (2 → 15) で pH5.51 ± 0.03 に調整する。

酢酸緩衝液 (1 mol/L)

第 1 液：酢酸ナトリウム 82 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：酢酸 60 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.2mol/L)

第 1 液：酢酸ナトリウム 16.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：酢酸 12.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.2mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム・塩化ナトリウム含有) 酢酸ナトリウム三水和物 27.2 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、酢酸 (1 → 100) で pH6.0 に調整し、塩化カルシウム二水和物 75mg 及び塩化ナトリウム 0.6 g を加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。

第 2 液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.0, エタノール含有)

第 1 液：酢酸 6.0 g を量り、エタノール (99.5) 200mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

第 2 液：酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を量り、水を加えて溶かし、更にエタノール (99.5) 200mL 及び水加えて 1000 mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和して pH4.0 に調整する。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有)

第 1 液：酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和して pH4.3 に調整し、更にポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテルを 0.1w/v % 加える。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, アルブミン含有) ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.1 g 及びアジ化ナトリウム 0.33 g を量り、水 500mL を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 100mL 及

び水を加えて1000mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)

第1液:酢酸 6.0 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第2液: 酢酸ナトリウム 8.2 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第1液と第2液を混和して pH6.0 に調整する。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル・塩化ナトリウム含有)

塩化ナトリウム 11.7 g を量り, 水を加えて溶かし, pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 100mL, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

酢酸緩衝液 (0.05mol/L)

第1液: 酢酸ナトリウム 4.1 g を量り, 水を加えて溶かし 1000mL とする。

第2液: 酢酸 3.0 g を量り, 水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)

pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 50mL と塩化カルシウム試液 (1 mol/L) 20mL を混和し, 水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.02mol/L)

第1液: 酢酸ナトリウム 1.64 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第2液: 酢酸 1.20 g を量り, 水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.02mol/L, pH5.0、アルブミン含有)

ウシ血清アルブミン (酵素用) 25mg を量り, pH5.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及び水 490mL を加えて溶かす。冷所に保存し 1 か月以内に使用する。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L)

第1液: 酢酸ナトリウム 0.82 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第2液: 酢酸 0.60 g を量り, 水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化カルシウム含有)

pH5.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及び塩化カルシウム試液 (0.1mol/L) 10mL を量って混和し, 水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有)

塩化マグネシウム六水和物 1.0 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74 g を量り, 水を加えて溶かし, pH5.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及び ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→20) 10mL を加え, 塩酸試液 (2 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH5.5 に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有)

pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及びポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 1 mL を量り, 水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.005mol/L)

第1液: 酢酸ナトリウム 0.41 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第2液: 酢酸 0.30g を量り, 水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (pH4.0) ~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム 2.95 g を量り、水 900 ~~mL~~ を加えて溶かし、酢酸を滴加して pH4.0 に調整した後、水を加えて 1,000 ~~mL~~ とする。

酢酸緩衝液 (pH4.5)

第1液：酢酸 6.0 g にを量り、 水を加えて、1,000 ~~mL~~ とする。

第2液：無水酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水に溶かし 1,000 ~~mL~~ とする。

第1液と第2液を混ぜ、両液を用いて pH4.5 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.4)

第1液：酢酸 5.78 ~~mL~~ にを量り、 水を加えて、1,000 ~~mL~~ とする。

第2液：無水酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム 8.5 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ とする。

第1液 176 容量と第2液 824 容量とを混和し、必要があれば、更にいずれかの液を加えて、pH5.4 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.5) 酢酸ナトリウム三水和物 10 g を量り、酢酸試液 (1 mol/L) 10 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。必要ならば pH を 5.5 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛含有) 酢酸 0.60 g, 酢酸ナトリウム三水和物 12.3 g 及び硫酸亜鉛七水和物 0.29 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。使用する際に pH5.6 であることを確認する。

酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛・アルブミン含有) ウシ血清アルブミン (酵素用) 溶液 (1→100) 20 mL を量り、酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛含有) を加えて 1000 mL とする。用時調製する。

酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 酢酸 60 g 及びクエン酸一水和物 6.3 g を量り、水 700 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH4.2 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

~~酢酸水銀 (II) $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ [K8369]~~

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5), 鉄試験用 酢酸 75.4 ~~mL~~ 及び ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 111 g を量り、水 にを加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ とする。

酢酸試液 (6 mol/L) 酢酸 360 g を量り、水を加えて 1000 mL とする。

☆ 酢酸試液 (1 mol/L) 【希酢酸, 酢酸, 希】 CH_3COOH

酢酸 6 g を量り、水を加えて 100 ~~mL~~ とする。

酢酸試液 (0.75 mol/L) 酢酸 45 g を量り、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸試液 (0.1 mol/L) 酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (2 mol/L) 酢酸 120 g を量り、水 500 mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (1 mol/L)

第1液：酢酸 60 g を量り、水を加えて 1000 mL とする。

第2液：水酸化ナトリウム 40 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.5 mol/L) 酢酸 30 g を量り、水を加えて 600 mL とし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.4mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 酢酸 24 g 及び塩化カルシウム二水和物 7.4 g を量り、水 600mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH6.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L)

第 1 液：酢酸 12 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 2 液：水酸化ナトリウム 8.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 2 液：水酸化ナトリウム 4.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) 酢酸 2.8 g 及び塩化ナトリウム 2.9 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH4.3 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) 酢酸 3.0 g を量り、水 800mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L, pH5.8, 塩化ナトリウム含有) 酢酸 2.8 g 及び塩化ナトリウム 12.9 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH5.8 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.025mol/L) 酢酸 1.5 g を量り、水 900mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02mol/L) 酢酸 1.2 g を量り、水 900mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.01mol/L, pH4.0, アカルボース含有) アカルボース 0.26 g を量り、pH4.0 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02mol/L) 50mL を加えて溶かし、水を加えて 100mL とする。

~~酢酸第二水銀—酢酸水銀 (II) を見よ。~~

~~酢酸第二水銀試液, 非水滴定用—酢酸水銀 (II) 6 g を量り、非水滴定用酢酸を加えて溶かして 100mL とする。~~

~~酢酸第二銅—酢酸銅 (II) 1 水和物を見よ。~~

~~酢酸銅 (II)—酢酸銅 (II) 1 水和物を見よ。~~

~~酢酸銅 (II) 1 水和物~~ 酢酸銅 (II) 一水和物 $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ~~—[酢酸銅 (II) 一水和物, K8370]~~ [6046-93-1] 【酢酸第二銅, 酢酸銅 (II), 酢酸銅 (II) 1 水和物】

本品は、青緑色の結晶又は結晶性の粉末で、水にやや溶けやすい。

確認試験 (1) 本品 1 g に硫酸 (1→2) 10mL を加えて溶かした液を加熱すると、酢酸のにおいが発生する。

(2) 本品 0.1 g に水 20mL を加えて溶かした液に、アンモニア水 (2→3) 5 mL を加えると、深

い青になる。

定量法 本品 0.4 g を量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。その 25 mL を正確に量り、水 75 mL 及びアンモニア水 (1→15) 5 mL を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 50 mg)。終点は、液の色が黄緑から赤紫に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 1.9965 mg ($\text{C}_2\text{H}_3\text{CO}_2$)₂Cu · H₂O

~~酢酸銅 (II) 試液, 強酢酸銅 (II) 試液~~ 【強酢酸第二銅試液, 酢酸銅 (II) 試液, 強】 ~~酢酸銅 (II) 一水和物~~ 13.3 g を量り、酢酸 5 mL 及び水 195 mL を加えて溶かす。

酢酸 dl- α -トコフェロール $\text{C}_{31}\text{H}_{52}\text{O}_3$ [7695-91-2]

日本薬局方トコフェロール酢酸エステルを用いる。

~~酢酸ナトリウム 酢酸ナトリウム 3 水和物を見よ。~~

~~酢酸ナトリウム 3 水和物~~ ~~酢酸ナトリウム 3 水和物~~ → 「酢酸ナトリウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

~~酢酸ナトリウム, 無水~~ ~~酢酸ナトリウム~~ CH_3COONa [~~酢酸ナトリウム, K8372, 特級~~] [127-09-3] 【無水酢酸ナトリウム, 酢酸ナトリウム, 無水】

☆ ~~酢酸ナトリウム 3 水和物~~ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [~~酢酸ナトリウム 3 水和物, K8371, 特級~~] [6131-90-4] 【酢酸ナトリウム 3 水和物, 酢酸ナトリウム】

酢酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 酢酸ナトリウム 82.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

酢酸ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 酢酸ナトリウム 41.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

~~酢酸鉛 酢酸鉛 (II) 3 水和物を見よ。~~

~~酢酸鉛 (II) 3 水和物~~ ~~酢酸鉛 (II) 3 水和物~~ $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [~~酢酸鉛 (II) 3 水和物, K8374, 特級~~] [6080-56-4] 【酢酸鉛, 酢酸鉛 (II) 3 水和物】

酢酸鉛試液 ~~酢酸鉛 (II) 試液~~ 【酢酸鉛試液】 ~~酢酸鉛~~ ~~酢酸鉛 (II) 3 水和物~~ 11.8 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とし、酢酸 (1→4) 2 滴を加える。密栓して保存する。

~~酢酸鉛試液, 塩基性~~ ~~酢酸鉛 (II) 試液 (塩基性)~~ 【塩基性酢酸鉛試液, 酢酸鉛試液, 塩基性】

~~酢酸鉛~~ ~~酢酸鉛 (II) 3 水和物~~ 3 g 及び ~~酸化鉛~~ ~~酸化鉛 (II)~~ 1 g を量り、水 0.5 mL を加え、すり混ぜて得た類黄色の混和物をビーカーに入れ、時計皿で覆い、水浴上で加熱する。内容物が均一な白～帯赤白色となったとき、熱湯 9.5 mL を少量ずつ加え、再び時計皿で覆い、放置した後、上澄液を傾斜してとり、水を加えてその比重 d_{20}^{25} を 1.23～1.24 とする。密栓して保存する。

酢酸ビスマス (III) (CH_3CO_2)₃Bi 酵素活性試験法に適するものを用いる。

酢酸ビニル $\text{CH}_3\text{COOCHCH}_2$ [K6724] [108-05-4]

本品は、無色の液体で、トルエンに溶ける。

屈折率 $n_D^{20} = 1.393 \sim 1.397$

酢酸ブチル $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ [K8377, 特級] [123-86-4]

~~酢酸マグネシウム 酢酸マグネシウム 4 水和物を見よ。~~

~~酢酸マグネシウム 4 水和物~~ ~~酢酸マグネシウム 4 水和物~~ $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [~~酢酸マグネシウム (4 水和物), K8380, 1978~~] [16674-78-5] 【酢酸マグネシウム, 酢酸マグネシウム 4

水和物】

本品は、無色若しくは白色の潮解性の結晶又は粉末である、潮解性があり、水に溶けやすい。
含量 99.0%～101.0%

確認試験 本品は、酢酸塩及びマグネシウム塩の反応を呈する。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かし、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2 mL を加え、0.01 mol/L EDTA 溶液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴)。終点は、液の赤色が青色になるときとする。

0.01 mol/L EDTA 溶液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 21.47 mg M
g (CH₃COO)₂ · 4 H₂O

酢酸 3-メチルブチル ~~CH₃COOC₅H₁₁CH₃COO (CH₂)₂CH (CH₃)₂~~ ~~〔K8358〕~~ [123-92-2] 【酢酸イソアミル】

含量 98.0%以上

本品は、無色澄明な揮発性の液体である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2958 cm⁻¹、1743 cm⁻¹、1465 cm⁻¹、1309 cm⁻¹、1245 cm⁻¹、1056 cm⁻¹ 及び 605 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

密度 本品を比重測定法第 4 法により測定するとき 0.868～0.879 g/mL (20℃) である

定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。注入後、測定時間内に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する酢酸 3-メチルブチルのピーク面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53 mm、長さ 15 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃ で注入し、毎分 10℃ で 150℃ まで昇温する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:20

測定時間 10 分

~~酢酸リチウム 酢酸リチウム 2 水和物を見よ。~~

酢酸リチウム 2 水和物 酢酸リチウム二水和物 CH₃COOLi · 2 H₂O [内容が不十分な試薬]
[6108-17-4] 【酢酸リチウム 2 水和物、酢酸リチウム】

本品は、無～白色の結晶で、水によく溶ける。

融点 70℃

溶状 無色、ほとんど澄明 (0.5 g、水 10 mL)

~~酢酸リチウム緩衝液 酢酸リチウム 40.8 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とした後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で pH9 に調整する。~~

サラシ粉 $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}_2$ ~~〔K8388÷1961〕~~ [7778-54-3, 高度さらし粉]

本品は、白色又は類白色の粉末で塩素のにおいがする。

含量 本品は、有効塩素 (Cl として ~~30%~~60 以上を含む)。

確認試験 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて振りまぜ、これにリトマス紙 (赤色) を浸すとき、リトマス紙は青変し、次に退色する。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、乳鉢に入れ、水 50 mL を加えてよくすり混ぜた後、メスフラスコに移し、水を加えて 500 mL とする。よく振り混ぜ、直ちにその 50 mL をヨウ素フラスコに正確に入れ、ヨウ化カリウム溶液 10 mL 及び 10% 塩酸試液 10 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、デンプン試液 3 mL を加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.4543 mg Cl

D (-) -サリシン $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_5\text{OC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{OH}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

サリチルアルダジン $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ [959-36-4]

融点 213~219°C

純度試験 本品 ~~0.09 g~~90 mg を量り、トルエンに溶かし、正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μL を量り、「ポリビニルピロリドン」の純度試験 (6) (4) を準用し、試験を行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。

サリチルアルデヒド $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CHO}$ [K8390, 特級] [90-02-8]

サリチル酸 $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ [K8392, 特級] [69-72-7]

サリチル酸・メタノール試液 サリチル酸 10 g を量り、水分測定用メタノール 100 mL を加えて溶かす。用時調製する。

サリチル酸メチル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_3$ ~~〔K8398÷1981〕~~ [119-36-8]

本品は、無~~〜~~微わずかに淡黄色の油状の物質で特異なにおいがある。水に溶けにくく、ジエチルエーテルとよく混和する。

~~比重 1.182~1.192~~

含量 98.0% 以上

定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。サリチル酸メチルのピーク面積と総ピーク面積から、サリチル酸メチルの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.53 mm, 長さ 15 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で注入し毎分 10°C で 250°C まで昇温する。

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:20

測定時間 15 分

サルササポゲニン、定量用 $C_{27}H_{44}O_3$ [\[126-19-2\]](#)

本品は、白色の結晶性の粉末で、~~においはない。~~

確認試験 本品 5 mg を量り、酢酸エチル 5 ~~mL~~ mL に溶かす。この液 2 ~~μL~~ μL につき、ヘキサン/酢酸エチル混液 (2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 8 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、~~p~~ ~~＝~~ ~~アニスアルデヒド・硫酸試液~~ ~~4~~ ~~－~~ ~~メ~~ ~~トキシベンズアルデヒド・硫酸試液~~ を噴霧し、110℃で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値 0.55 付近に黄緑～青緑色の主スポットを認める。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を酢酸エチルに溶かし正確に 10 ~~mL~~ mL とし、検液とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5 ~~μL~~ μL ずつ量り、確認試験に準じて薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液から得た主スポット以外のスポットは、比較液から得たスポットより濃くない。

水分 8.0%以下 (0.1 g, [容量滴定法](#), 直接滴定)

~~三塩化アンチモン 塩化アンチモン (III) を見よ。~~

~~三塩化アンチモン試液 無水クロロホルムで三塩化アンチモン (III) の表面を洗い、洗液が澄明となった後、三塩化アンチモン (III) に無水クロロホルムを加えて飽和溶液とする。遮光した容器に密栓して冷所に保存する。用時調製する。~~

~~三塩化チタン溶液~~ [塩化チタン \(III\) 溶液](#) → [「塩化鉄 \(III\)」の前に移動](#)

三塩化ヨウ素 ICl_3 [~~三塩化よう素~~, K8403, [特級](#)] [\[865-44-1\]](#)

~~三塩化リン PCl_3 [~~三塩化りん~~, K8404 : 1962] 本品は、無色透明な液体で刺激性のにおいがある。空气中で発煙する。~~

~~留分 75～78℃で 95vol%以上を留出する。~~

酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液, ポリソルベート用

本品は、無色透明の液体である。揮発性が高いため、開封後速やかに操作する。

含量 本品は、1,000 ~~mL~~ mL 中酸化エチレン (C_2H_4O) 約 44.05 g を含む (1 mol/L)。

定量法 ドライアイスを入れたメタノールで冷却した本品を検液とし、外径 2 mm のガラス管に入れ、フッ素樹脂製のシールテープで密封する。ドライアイスを入れたメタノールで冷却しておいた ~~NMR スペクトル測定用重水素化クロロホルム~~ [重水素化クロロホルム](#) を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、更に本品を入れたガラス管を入れてふたをし、密閉する。その後、直ちに 1H NMR スペクトルを測定する。本品のシグナル面積強度 (2.85ppm 付近) を 1 としたときのテトラヒドロフランのシグナル面積強度 (3.95ppm 付近) を A とし、次式により、酸化エチレンの含量を求める。

$$\text{酸化エチレン (} C_2H_4O \text{) の含量 (g/L)} = (11.01 / (12.24 + 20.26 \times A)) \times 1,000 \text{ (g/L)}$$

酸化カルシウム CaO [~~生石灰~~, K8410, [特級](#)] [\[1305-78-8\]](#)

~~酸化クロム~~ [三酸化二クロム](#) → [「三酸化二ヒ素」の前に移動](#)

酸化クロム (VI) CrO_3 [~~K8434 : 1980~~] [\[1333-82-0\]](#) [【三酸化クロム】](#)

本品は、暗い赤紫色の潮解しやすい [細い針状・りょう柱状](#) の結晶又は塊である。フレークで、水に溶けやすい。可燃性の有機溶媒と接すると発火の危険がある。

[含量 8.0%以上](#)

~~確認試験 本品の水溶液に酢酸鉛試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。~~

~~純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 10ml)~~

~~(2) アルカリ主金属 0.1%以下~~

~~本品 1.0 g を三角フラスコにとり、水 17ml、塩酸 (1→3) 5 ml、エタノール 5 ml を加え、還流冷却器をつけて 1 時間加熱する。加熱後、エタノールを留去し、熱湯 70 ml 及びアンモニア水 (2→5) 7 ml を加え、水浴上でアンモニア臭が無くなるまで加熱後、蒸発乾固する。残留物に熱湯 30 ml を加えてろ過し、ろ液をあらかじめ質量を量っている蒸発皿にとる。ろ紙は、熱湯 10 ml ずつで 3 回洗い、洗液はろ液と合わせる。水浴上で蒸発乾固し、硫酸 0.5 ml を加え、熱板上で蒸発、強熱した残分は 1 mg 以下である。~~

定量法 本品 0.7 g を精密に量り、メスフラスコに入れ 100 mL にしたものを、検液とする。300 mL の共通すり合わせヨウ素フラスコに検液 10 mL (本品 70 mg) を正確に入れ、水 100 mL、塩酸 5 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに栓をして 15 分間暗所に放置し、水 100 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。指示薬は、デンプン試液 3 mL を用いる。デンプン試液は、終点間際で液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は液の色が緑色となるときとする。別に同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3333 mg CrO₃

~~酸化水銀 (II), 黄色 HgO [酸化水銀 (II) (黄色), K8418]~~

~~酸化第二水銀, 黄色 酸化水銀 (II), 黄色を見よ。~~

酸化チタン (IV) TiO₂ [K8703, 特級] [13463-67-7]

酸化鉛 (II) PbO [K8090, 特級] [1317-36-8] 【一酸化鉛】

酸化バリウム BaO [~~K8428 : 1961, 乾燥用~~] [1304-28-5]

本品は、白色、黄白色又は灰白～淡黄色の吸湿性の粉末で、空气中で湿気及び二酸化炭素を吸収する。水に溶けやすい。水溶液は、アルカリ性である。

含量 90.0%以上

~~確認試験 (1) 本品の水溶液はアルカリ性を呈する。~~

~~(2) 本品を塩酸酸性の水に溶かし、硫酸を加えるとき白色の沈殿を生じる。~~

~~(3) 本品は、炎色反応試験を行うとき、緑色を呈する。~~

定量法 水 30 mL に本品約 0.5 g を精密に量って加え、塩酸 (1→4) 20 mL を加えて溶かし、冷後、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。別に空試験を行い補正し、過酸化バリウムの含量 (C) を求める。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 8.466 mg BaO₂

次に、本品約 2.0 g を精密に量り、あらかじめ水 (二酸化炭素除去) 100 mL を入れた 300 mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 フェノールフタレイン試液 2, 3 滴)、次式により酸化バリウムの含量を求める。

$76.66 \times v$

酸化バリウムの含量 (%) = $\frac{\quad}{\quad} \times 100 - C \times 0.9055$

試料の採取量 (g) × 1000

ただし、v : 1 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

酸化マグネシウム MgO [K8432, 特級] [1309-48-4]

~~酸化モリブデン (III) 酸化モリブデン (VI) MoO₃ [~~三酸化モリブデン, K8436 : 1979~~] [1313-27-5] 【三酸化モリブデン】~~

本品は、白～類黄緑色の粉末で、水に溶けにくい。

含量 99.0%以上

純度試験 リン酸塩 (PO_4) 0.0005%以下

本品 1.5 g を量り、200 mL のポリエチレン製のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を加えて溶かし、水 30 mL を加え、pH 試験紙を用いて塩酸 (1→10) で pH 4～5 に調整する。更に、臭素試液 2 mL を加え、pH 計を用いて塩酸 (1→10) で pH 1.7～1.9 に調整した液を 200 mL のガラス製のビーカーに移し、沸騰し始めるまで加熱した後、約 20°C に冷却し、水を加えて 90 mL にする。この液を 200 mL の分液漏斗に移し、塩酸 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜて放置後、ジエチルエーテル層を分取し、塩酸 (1→10) 10 mL で 4 回洗浄後、ジエチルエーテル層に塩化スズ (II) 二水和物・塩酸溶液 (1→50) 0.2 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜて放置後、分取したジエチルエーテル層をジエチルエーテルで 25 mL としたものを、検液とする。別に、本品 0.5 g を量り、200 mL のポリエチレン製のビーカーに入れ水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を加えて溶かし、リン酸塩標準液 0.5 mL 及び水 30 mL を加え、pH 試験紙を用いて塩酸 (1→10) で pH 4～5 に調整する。更に、臭素試液 2 mL を加え、pH 計を用いて塩酸 (1→10) で pH 1.7～1.9 に調整した液を 200 mL のガラス製のビーカーに移し、沸騰し始めるまで加熱後、約 20°C に冷却し、水を加えて 90 mL にする。この液を 200 mL の分液漏斗に移し、塩酸 10 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜて放置後、ジエチルエーテル層を分取し、塩酸 (1→10) 10 mL で 4 回洗浄後、ジエチルエーテル層に塩化スズ (II) 二水和物・塩酸溶液 (1→50) 0.2 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜて放置後、分取したジエチルエーテル層をジエチルエーテルで 25 mL としたものを、標準液とする。検液の青色は、標準液の青色より濃くない。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 2 mL を加えて溶かし、ヘキサメチレンテトラミン溶液 (1→10) 5 mL を加え、硝酸 (1→11) を用いて pH 5～6 に調整し、液を 50～70°C に加温し、指示薬として 4-(2-ピリジルアゾ) レソルシノール試液を加えて 0.05 mol/L 硝酸鉛 (II) 溶液で滴定する。終点は、液の色が黄色から帯黄赤色になるときとする。

0.05 mol/L 硝酸鉛 (II) 溶液 1 mL = 7.198 mg MoO_3

酸化ランタン (III) La_2O_3 [1312-81-8]

本品は、白色の結晶である。

強熱減量 0.5%以下 (1 g, 1,000°C, 1 時間)

酸化ランタン試液 酸化ランタン (III) 5.86 g を 100 mL のメスフラスコに入れ、水 2～3 mL を加えて潤し、塩酸 25 mL をゆっくり加え、完全に溶けるまで揺り動かす。水を加えて 100 mL とする。

酸化リン (V) P_2O_5 [酸化りん (V), K8342, 特級] [1314-56-3]

~~三酸化クロム Cr_2O_3 酸化クロム (VI) を見よ。~~

☆ ~~三酸化ニクロム Cr_2O_3 [三酸化ニクロム (酸化クロム), 1 種, K1401, 1 種] [1308-38-9]~~

~~【酸化クロム】~~

三酸化二ヒ素 As_2O_3 [三酸化二ひ素, K8044, 特級] [1327-53-3] 【三酸化ヒ素】

~~三酸化二ヒ素 (標準試薬) As_2O_3 [容量分析用標準物質, 酸化ひ素 (III), K8005]~~

~~三酸化ヒ素 As_2O_3 三酸化二ヒ素を見よ。~~

~~三酸化ヒ素 (標準試薬) 三酸化二ヒ素 (標準試薬) を見よ。~~

三酸化ヒ素試液薬 三酸化二ヒ素 1g を量り，水酸化ナトリウム溶液（1→40）30mL を加え，加熱して溶かし，冷後酢酸を徐々に加えて 100mL とする。

~~三酸化モリブデン 酸化モリブデン (III) を見よ。~~

~~酸性塩化第一スズ試液 塩化第一スズ試液，酸性を見よ。~~

~~酸性硫酸第一鉄試液 硫酸第一鉄試液，酸性を見よ。~~

三フッ化ホウ素 BF_3 [7637-07-2]

本品は，無色の気体で，刺激性のにおいがある。

沸点 -100.3°C

融点 -127.1°C

三フッ化ホウ素・メタノール試液 三フッ化ホウ素を 14g 量り，メタノールを加えて溶かし，100mL とする。

次亜塩素酸ナトリウム NaClO [7681-52-9] 「次亜塩素酸ナトリウム」

ただし，有効塩素 5% 以上のものを用いる。

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウムを有効塩素 5% としたものを用いる。

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム ($\text{NaClO}=74.44$) 1.05g に対応する容量の次亜塩素酸ナトリウム試液に量を量り，水酸化ナトリウム 15g 及び水を加えて溶かし，1,000mL とする。用時調製する。

~~次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液，アスパラギナーゼ活性試験用~~**次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液（アスパラギナーゼ活性試験用）** 次亜塩素酸ナトリウム試液 2.5mL に水を加えて 10mL とする。この液の採取量を 3mL とし，以下「次亜塩素酸ナトリウム」の定量法に準じて標定し，0.32~0.38mol/L 次亜塩素酸ナトリウムになるように調製した後，適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液を用いて pH12.5 に調整する。この液 3mL に水 85mL を加え，適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液を用いて pH12.5 に調整した後，水を加えて 100mL とする。冷暗所に保存する。

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液（ウレアーゼ活性試験用） 水酸化ナトリウム 10g 及び次亜塩素酸ナトリウム試液 15mL を量り，水を加えて溶かし 1000mL とする。用時調製する。

ジアシルグリセロール試液 1, 2-ジパルミトイル-rac-グリセリン 3.0mg を量り，クロロホルム/メタノール混液（2：1）1mL を加えて溶かす。

~~4-4'-（ジアゾアミノ）ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム~~**4, 4'-（ジアゾアミノ）ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム** $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_3\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$ [56120-28-6] 【4-4'-（ジアゾアミノ）ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム】

本品は，白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (358, 410nm 付近の極大吸収部) = 677 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後，その 0.0100g 約 10mg を精密に量り，水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) (1→250) を加えて溶かし正確に 100mL とし，これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) (1→250) を加えて正確に 100mL とし，吸光度を測定する。また，波長 240, 256nm 及び 358, 316nm のそれぞれに極大吸収部がある。純度試験 他の芳香族化合物 A 液 10mL を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) (1→250) を加えて正確に 100mL とする。この液 20mL を量り，成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 4 号中の純度試験 (6) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき，一つの

ピークのみを認める。

シアニジン 3-β-D-グルコシド塩化物 $C_{21}H_{21}ClO_{11}$ [7084-24-4]

確認試験 (1) 本品 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて ~~5 mL~~ とした液は、赤～暗赤だいたい色を呈する。

(2) (1)の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性とするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 505～525nm に極大吸収部がある。

(4) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $3,378\text{cm}^{-1}$, $1,640\text{cm}^{-1}$, $1,332\text{cm}^{-1}$, $1,070\text{cm}^{-1}$ 及び 630cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験(1)の液を検液とする。検液 ~~1 mL~~ を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に ~~100 mL~~ とし、比較液Aとする。検液及び比較液Aにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液Aの主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の3倍までとする。

操作条件 検出感度以外の操作条件は、「ムラサキトウモロコシ色素」の確認試験(4)の操作条件を準用する。

検出感度 比較液A ~~1 mL~~ を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に ~~20 mL~~ とし、比較液Bとする。比較液B ~~10 μL~~ から得られた主ピークのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、比較液A ~~10 μL~~ から得られた主ピークのピーク高さがフルスケールの約20%になるように調整する。

4, 4'-ジアミノジフェニルアミン試液 4, 4'-ジアミノジフェニルアミン硫酸塩に少量のエタノール (95) を加えてよくすり混ぜ、更にエタノール (95) を加え、還流冷却器を付けて水浴上で加熱し、飽和溶液とする。

4, 4'-ジアミノジフェニルアミン硫酸塩 $C_{12}H_{13}N_3 \cdot H_2SO_4$ ~~[K8476-1962]~~ [53760-27-3]

本品は、無～帯灰青色の結晶性の粉末である。水に溶けにくい。希鉍酸に温時溶ける。

~~本品 1 g を希硫酸 10 mL に温めながら溶かし、過剰のアンモニア水を加え、しばらく加熱したのち冷却するとき結晶を生じ、その融点は 157～160°C である。~~

溶状 澄明

本品 1.0 g を量り、硫酸 (1→16) 20 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。

強熱残分 0.1%以下 (1 g)

ただし、硫酸は加えず、砂浴上で徐々に加熱し、灰化後、強熱する。

2, 3-ジアミノナフタレン $C_{10}H_9N_2$ [771-97-1]

本品は淡黄褐色の結晶又は粉末である。

融点 193～198°C

感度 ~~セレン 0.060 g を正確に量り、硝酸 (1→2) 100 mL を加え、必要ならば水浴上で加熱して溶かし、水を加えて正確に 1,000 mL とする。セレン標準液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。~~この液 ~~5 mL~~ 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に ~~200 mL~~ 50 mL とする。この液 ~~1 mL~~ 1 mL を正確に量り、硝酸 (1→60) ~~50 mL~~ 50 mL を加えて標準原液A液とする。標準原液A液及び硝酸(1→

60) ~~50mL~~40mL ずつを正確に量り、それぞれ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。これらの液をそれぞれ分液漏斗に移し、~~容器を水 10mL を用いてピーカーを~~で洗い、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ンモニウム塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.2 g 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 0.10 g 及び~~塩酸ヒドロキシルアンモニウム~~塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.5 g を 0.1mol/L 塩酸試液 (0.1mol/L) に加えて 100mL とし、ろ過した液 5 mL を加え、振り混ぜた後、100 分間放置する。それぞれの液にシクロヘキサン 5.0mL を加えて、2 分間よく振り混ぜて抽出する。それぞれの液の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、上層を標準液及び対照液とす。標準液から得たシクロヘキサン層につき、硝酸 (1→60) から得たシクロヘキサン層を対照液を用いてとし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 378nm における吸光度は 0.08 以上である。

2, 3-ジアミノナフタレン試液 2, 3-ジアミノナフタレン 0.10 g 及び塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.5 g にを量り、塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて 100mL とし、必要があればろ過する。用時調製する。

2, 4-ジアミノフェノール二塩酸塩 $C_6H_{10}C_{12}N_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~次亜リン酸ホスフィン酸~~ → 「没食子酸」の前に移動

シアン化カリウム KCN [K8443, 特級] [151-50-8]

ジイソプロピルエーテル [K9528, 特級] [108-20-3]

ジエタノールアミン $C_4H_{11}NO_2$ [111-42-2]

無色の粘性のある液体である。

融点 27~30°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

ジエチルエーテル $C_2H_5OC_2H_5$ [K8103, 特級] [60-29-7]

ジエチルエーテル, ビタミン A 測定用 ジエチルエーテルを蒸留し、初留 10% 及び残留分 10% を捨てる。再蒸留水を対照にして吸光度を測定するとき、300~350nm で 0.01 以下である。

過酸化水素 本品 5 mL を量り、硫酸鉄(II) 試液 5 mL 及びチオシアン酸アンモニウム溶液 (2→25) 5 mL を加えるとき、赤色を呈さない。

N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 $C_5H_{10}AgNS_2$ [K9512, 特級] [1470-61-7] 【ジエチルジチオカルバミン酸銀】

~~ジエチルジチオカルバミン酸銀~~ ~~N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀~~ を見よ。

ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液 微粉末とした硝酸銀 0.050g/50mg を量り、キノリン 100mL に溶かし、~~ジエチルジチオカルバミン酸銀~~ N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.2 g を加える。用時調製する。

~~ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム~~ ~~N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3 水和物~~ を見よ。

~~N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3 水和物~~ N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3 水和物 (C_2H_5)₂NCS₂Na · 3H₂O [~~N, N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム 3 水和物~~, K8454, 特級] [20624-25-3] 【ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム, N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3 水和物】

☆ N, N-ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 $C_{18}H_{24}N_2O_4$ [~~N, N-ジ~~

~~エチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンしゅう酸塩, K8694:1992~~ [29473-53-8] 【N-1-ナフチル-N'-ジエチルエチレンジアミンシュウ酸塩】

本品は、白色の結晶性の粉末で、~~光によってしだいに着色する。~~ある。

含量 98.0%以上

~~確認試験 (1) 本品 0.1 g に水 20 ml を加え、加熱して溶かす。これに酢酸 (1→3) 1 ml 及び塩化カルシウム溶液 (1→10) 1 ml を加えるとき、白色沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,340\text{cm}^{-1}$ 、 $1,720\text{cm}^{-1}$ 、 $1,580\text{cm}^{-1}$ 、 $1,530\text{cm}^{-1}$ 、 $1,410\text{cm}^{-1}$ 、 $1,280\text{cm}^{-1}$ 、 770cm^{-1} 及び 720cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~融点 約 167°C~~

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 ~~100 ml~~ 100 mL を加えて、水浴中で加熱して溶かし、 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、~~電位差計を用いる。~~指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1 ml~~ 1 mL = $33.24\text{mg C}_{18}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$

ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用 2-(2-エトキシエトキシ) エタノール 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明な 2-(2-エトキシエトキシ) エタノールを分取する。湿気を避けて保存する。

水分 本品 1 mL 中の水分は 0.3mg 以下とする。

~~四塩化炭素 CCl_4 [K8459]~~

~~ジオキサン 1, 4-ジオキサンを見よ。~~

1, 4-ジオキサン $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ [K8461, 特級] [123-91-1] 【ジオキサン】

~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン~~紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン
→「紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン」の前に移動

紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド ジメチルスルホキシド、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

☆紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン 2, 2, 4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン ヘキサデカン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン ヘキサン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

ジギトニン $\text{C}_{56}\text{H}_{92}\text{O}_{29}$ ~~[K8452]~~ [11024-24-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400cm^{-1} 、 2930cm^{-1} 、 1640cm^{-1} 、 1370cm^{-1} 、 1070cm^{-1} 及び 890cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -47 \sim -50$ 本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 2 g を精密に量り、酢酸 (3→4) を加えて正確に 50 mL とし、旋光度を測定する。

純度試験 鋭敏度 本品 0.5 g を量り、エタノール (95) 20 mL を加え、加温して溶かし、エタノール (95) で 50 mL としたものを、検液とする。コレステロール 20 mg を量り、エタノール (95) で 100 mL とする。この液 10 mL を量り、検液 0.5 mL を加え、約 10°C に冷却後、時々激しく振り混ぜな

から 30 分間放置すると、沈殿が生じる。

α-シクロデキストリン, 定量用 $C_{36}H_{60}O_{30}$ [10016-20-3]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~ml~~ ml を加え、水浴中で 加温加熱 して溶かした後、室温に放置
冷水に浸して冷却 するとき、青紫色暗赤紫色 の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100ml) 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、旋光度を測定する。~~

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 1.5 g を とり精密に量り、水を加えて溶かして 100 ~~ml~~ ml とし、検液とする。この液 1 ~~ml~~ ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~ml~~ ml とし、比較液とする。検液及び比較液 20~100 ~~μl~~ μl につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「α-シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0% 以下 (~~1.0 g, 105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

β-シクロデキストリン, 定量用 $C_{42}H_{70}O_{35}$ [7585-39-9]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~ml~~ ml を加え、水浴中で 加温加熱 して溶かした後、室温に放置
冷水に浸して冷却 するとき、黄褐色赤褐色 の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100ml)~~

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、旋光度を測定する。~~

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 1.5 g を とり精密に量り、水を加えて溶かして 100 ~~ml~~ ml とし、検液とする。この液 1 ~~ml~~ ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~ml~~ ml とし、比較液とする。検液及び比較液 20~100 ~~μl~~ μl につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「β-シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0% 以下 (~~1.0 g, 105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

γ-シクロデキストリン, 定量用 $C_{48}H_{80}O_{40}$ [17465-86-0]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~ml~~ ml を加え、加温加熱 して溶かした後、室温に放置
冷水に浸して冷却 するとき、青紫色褐色 の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100ml)~~

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、旋光度を測定する。~~

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 1.5 g を とり精密に量り、水を加えて溶かして 100 ~~ml~~ ml とし、検液とする。この液 1 ~~ml~~ ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~ml~~ ml とし、比較液とする。検液及び比較液 20~100 ~~μl~~ μl につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「γ-シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0% 以下 (~~105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

シクロヘキサン C_6H_{12} [K8464, 特級] [110-82-7]

2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸 $C_8H_{17}NO_3 \cdot S$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 $C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 \cdot 2H_2O$ ~~〔2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム二水和物, K8469〕~~ [620-45-1] 【2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム, 2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2水和物】

金属光沢のある緑から暗緑色の結晶性粉末である。密栓し、遮光して保存する。

含量 本品を乾燥物換算したものは、2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム ($C_{12}H_6Cl_2NNaO_2=290.08$) 95.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 $3370cm^{-1}$, $2940cm^{-1}$, $1700cm^{-1}$, $1450cm^{-1}$, $1370cm^{-1}$, $1240cm^{-1}$, $1170cm^{-1}$, $1080cm^{-1}$, $1030cm^{-1}$ 及び $890cm^{-1}$ 付近に主な吸収を認める。

純度試験 (1) 水不溶物 0.3%以下

あらかじめガラスろ過器 (G 4) を $105^{\circ}C$ で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 0.5 g を量り、水 200mL を加え、 $100^{\circ}C$ 以下で加熱して溶かし、冷後、不溶物をガラスろ過器 (G 4) でろ取り、熱湯 30mL で洗い、 $105^{\circ}C$ で恒量になるまで乾燥し、その質量を量る。

(2) エタノール不溶物 0.3%以下

本品 0.5 g を量り、フラスコに入れ、エタノール (95) 120mL を加えて環流冷却器を付け、15 分間加熱した後冷却する。 $105 \pm 2^{\circ}C$ で恒量にしたるつぼ型ガラスろ過器 (G 4) でこれを吸引ろ過し、ガラスろ過器 (G 4) をエタノール (95) で洗浄した後エタノールを揮散させ、 $105 \pm 2^{\circ}C$ で恒量にして残分の質量を求める。

(3) 妨害色素 試料 50 mg を量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1→100) 4 mL に水 50mL を加えて溶かし、水で正確に 200mL にする。定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、最初の 20mL を捨て、次のろ液 15mL をとり、L (+) -アスコルビン酸試液 5 mL を加え、 $20^{\circ}C$ で 5 分間放置する。波長 500nm における吸光度を、水を対照として測定するとき、吸光度は 0.05 以下である。

乾燥減量 $10 \sim 14.5\%$ ($0.50g$, $120^{\circ}C$, 3 時間)

定量法 本品 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50mL を加えて溶かし、 $0.1mol/L$ 過塩素酸で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。終点は、変曲点とする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

$0.1mol/L$ 過塩素酸 1 mL = $29.01mg$ $C_{12}H_6Cl_2NNaO_2$

☆ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 【2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液】 ~~2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム~~ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.1 g を量り、水 ~~100~~ mL を加え、加温した後、ろ過する。褐色瓶に保存、3 日以内に使用する。

2, 6-ジクロロキノクロロイミド $C_6H_2Cl_3NO$ [101-38-2]

融点 $65 \sim 67^{\circ}C$

溶状 澄明 (0.10 g, エタノール (95) 10 mL)

強熱残分 0.2%以下

~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2水和物を見よ。~~

~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液~~ 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 → 「2,6-ジクロロキノクロイミド」の前に移動

~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2水和物~~ 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 → 「2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液」の前に移動

ジクロロメタン CH_2Cl_2 [K8161, 特級] [75-09-2]

~~四シユウ酸カリウム, pH測定用~~ ~~二シユウ酸三水素カリウム 2水和物, pH測定用を見よ。~~

L-システイン $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~L-システイン塩酸塩~~ ~~L-システイン塩酸塩 1水和物を見よ。~~

~~L-システイン塩酸塩 1水和物~~ L-システイン塩酸塩一水和物 $\text{C}_{23}\text{H}_7\text{NO}_2\text{S} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [~~L-システイン塩酸塩一水和物, K8470, 特級~~] [7048-04-6] 【L-システイン塩酸塩 1水和物, 塩酸システイン, L-システイン塩酸塩】

L-システイン塩酸塩試液 L-システイン塩酸塩一水和物 1 g を量り, 水を加えて溶かし, 5 mL とする。用時調製する。

システイン・硫酸試液 ~~L-システイン塩酸塩~~ L-システイン塩酸塩一水和物 0.30 g を量り, 水 10 mL を加えて溶かす。この液 0.5 mL に 86vol%硫酸水溶液 25 mL を加えて混和する。用時調製する。

~~ジチゾン $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ [K8490]~~

~~ジチゾン試液, 亜鉛用~~ ~~ジチゾン 0.01g を量り, クロロホルム 100ml を加えて溶かす。着色した共栓瓶に保存する。~~

ジチオスレイトール $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2\text{S}_2$ [27565-41-9]

本品は, 結晶である。

融点 42~43°C

シトスタノール $\text{C}_{29}\text{H}_{52}\text{O}$ [83-45-4]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし, 標準液のシチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 1.13 である。

融点 133~138°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

β-シトステロール $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}$ [83-46-5]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし, 標準液のシチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 1.12 である。

融点 136~142°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

シトリニン $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}_3$ $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}_3$ [518-75-2]

本品は, 黄色の結晶で, においはない。水に極めて溶けやすい。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 $1,634\text{cm}^{-1}$, $1,492\text{cm}^{-1}$, $1,266\text{cm}^{-1}$, $1,018\text{cm}^{-1}$, 818cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.01g~~10mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 100~~mL~~mL とし、検液とする。この液 1 ~~mL~~mL を正確に量りメタノールを加えて正確に 100~~mL~~mL とし、比較液とする。検液及び比較液 5 ~~mL~~μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク及びメタノール以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 蛍光光度計（励起波長 330nm，蛍光波長 500nm）

カラム充てん~~ん~~ 充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 3.9～4.6mm，長さ 25～30cm のステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 アセトニトリル／水／トリフルオロ酢酸混液（100：100：0.1）

流量 1.0 ~~mL~~mL / 分

3, 5-ジニトロ塩化ベンゾイル $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{COCl}$ ~~[K8477:1961]~~ [99-33-2]

本品は、わずかに黄色みを帯びた結晶性の粉末である。、ジエチルエーテルに溶ける。

~~融点 67～69℃~~

~~強熱残分 0.10%以下~~

~~2, 4-ジニトロクロロベンゼン~~ 1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン →「クロロホルム」の前に移動

3, 5-ジニトロサリチル酸 $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})\text{COOH}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

3, 5-ジニトロサリチル酸試液 3, 5-ジニトロサリチル酸 10.0 g を量り、水 400mL を加えてかくはんしながら加温して懸濁し、水酸化ナトリウム溶液（8→75）150mL を徐々に加え、50℃を超えないように、かくはんしながら加温して溶かす。次に（+）-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 300 g を量り、徐々に加えて溶かし、更に水を加えて液量を 950mL とし、50℃を超えないようにかくはんしながら加温して溶かす。室温まで冷却した後、水を加えて 1000mL とし、ガラスろ過器でろ過する。褐色瓶に入れ、密栓して暗所に室温で保存する。（6 か月以内に使用する。）

3, 5-ジニトロサリチル酸試液（ペクチナーゼ活性試験用）水酸化ナトリウム 1.6 g を量り、水 50mL を加えて溶かし、3, 5-ジニトロサリチル酸 1.0 g を徐々に加えて溶かした後、水を加えて 100mL とする。

3, 5-ジニトロサリチル酸・酒石酸ナトリウムカリウム試液 3, 5-ジニトロサリチル酸 0.1 g 及び（+）-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 6.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液（2 mol/L）20mL 及び水 10mL を加えて溶かす。

3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液

第1液：3, 5-ジニトロサリチル酸 44.0 g を量り、水を加えて溶かし 4.4L とし、（+）-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 1275 g を加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液（9→200）1500mL を加えて混和する。

第2液：フェノール 45 g を量り、水酸化ナトリウム溶液（1→10）110mL に加えて溶かした後、水を加えて 500mL とする。

第1液に第2液 345mL 及び炭酸ナトリウム 34.5 g を加えて溶かし、2日間暗所にて保存後、ろ紙でろ過する。褐色瓶に入れ、密栓して、室温で暗所に保存する。調製後、1年以内に使用する。

3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (アガラーゼ活性試験用) 3, 5-ジニトロサリチル酸 10.6 g 及び水酸化ナトリウム 19.8 g を量り, 水 1416 mL を加えて溶かし, 次に (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 306 g 及びピロ亜硫酸ナトリウム 8.3 g を加えて溶かす。次いで, フェノール 7.6 g を加えて溶かした後, ろ紙にてろ過し, 遮光して 1 日放置した後使用する。使用時に沈殿が生じている場合は, ろ紙にてろ過して用いる。

3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (セルラーゼ活性試験用) 3, 5-ジニトロサリチル酸 31.8 g を量り, 水 4 L にかくはんしながら加えて溶かし, 更に水酸化ナトリウム 59.4 g を加えて溶かす。これに (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 918 g, フェノール 22.8 mL 及びピロ亜硫酸ナトリウム 24.9 g を加えて溶かし, 水を加えて 5 L とした後, ろ過し, 1 日以上放置したものを使用する。

3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 ラクトース一水和物 1.20 g を量り, 水を加えて溶かし 100 mL とし, その 1 mL に水を加え 100 mL とする。この液 50 mL と 3, 5-ジニトロサリチル酸試液 150 mL を混和する。用時調製する。

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン $C_6H_6N_4O_4$ [K8480, 特級] [119-26-6]

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 100 mL の三角フラスコに塩酸 10 mL を入れ, 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 5 g を加え, 遊離塩基 (赤色) が塩酸塩 (黄色) に変換するまで静かに振り混ぜ, エタノール (95) 100 mL を加え, 水浴上で加熱溶解する。放冷し, 室温で結晶化させた後, ろ過し, ジエチルエーテルで洗う。室温で乾燥した後, デシケーター中に保管し, 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試薬とする。保管中に塩酸塩が徐々に遊離塩基に変換するが, 遊離塩基は, 1, 2-ジメトキシエタンで洗浄することにより, 除去することができる。5% メタノール含有 1, 2-ジメトキシエタン試液 15 mL に 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試薬 0.5 g を加えて溶かし, 冷蔵庫に保管する。

1, 2-ジパルミトイル-rac-グリセリン $C_{35}H_{68}O_5$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

L- α -ジパルミトイルホスファチジルコリン $C_{40}H_{80}NO_8P$ 1, 2-ジパルミトイル-sn-グリセロ-3-ホスホコリン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

2- (2, 4-ジヒドロキシ-3, 5-ジヨードベンゾイル) 安息香酸 $C_{14}H_8I_2O_5$ [3480-21-5]

本品は, ごくうすい黄~黄褐色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (348~354 nm の極大吸収部) = 426~520

本品約 20 mg を精密に量り, アセトニトリルに溶かして正確に 10 mL とし, この液 5 mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 100 mL とし, A 液とする。A 液 5 mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 50 mL とした液は, 波長 348~354 nm に極大吸収部がある。また, この液につき, アセトニトリル 5 mL に酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて 100 mL とし, その 5 mL に酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて 100 mL とした液を対照とし, 波長 348~354 nm の極大吸収部における吸光度 A_B を測定し, 次式により比吸光度を求める。

$$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{20}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{水分 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 澄明 (20 mg, アセトニトリル 10 mL)

(2) 類縁物質 比吸光度のA液及びアセトニトリル5 mLに酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30分間に現れるピーク面積を測定する。A液中のアセトニトリル及び酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 350nm)

カラム充填剤 5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) / アセトニトリル(HPLC用) 混液(85:15)

流量 1.0mL/分

水分 1.0%以下(50mg, 電量滴定法)

1, 3-ジヒドロキシナフタレン $C_{10}H_6(OH)_2$ [132-86-5] 【ナフトレゾルシン】

本品は、赤褐色の結晶又は灰～灰褐色の粉末で、水、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすい。

融点 122～124℃(分解)

鋭敏度 酒石酸L(+)-酒石酸溶液(1→1,000) 2滴に本品の硫酸溶液(1→10,000) 1 mLを加え、90℃で1時間加熱するとき、青緑～緑青色を呈する。

2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1H-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物 $C_{10}H_4NNaO_5S \cdot 2H_2O$ [207399-16-4]

本品は、赤みの黄色～赤褐色の結晶又は粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (241～247nmの極大吸収部) = 852～1040

本品約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)に溶かして正確に100mLとし、A液とする。A液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に50mLとした液は、波長241～247nmに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長241～247nmの極大吸収部における吸光度 A_B を測定し、次式により比吸光度を求めらる。

$$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 本品約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)に溶かし、正確に100mLとしたとき、液は澄明である。

(2) 類縁物質 比吸光度のA液及び酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～40分間に現れるピーク面積を測定する。A液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 245nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル
(HPLC用) 混液 (85 : 15)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 9.8~14.8% (50mg, 135°C, 6時間)

~~α , α' -ジピリジル, 2, 2'-ジピリジルを見よ。~~

~~1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン~~ 1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_2$ [17252-51-6]

淡黄色の粉末である。

融点 61~62°C

水分 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。

~~ジフェニル, ビフェニルを見よ。~~

ジフェニルアミン (C_6H_5)₂NH [K8487, 特級] [122-39-4]

~~ジフェニルアミン試液 ジフェニルアミン 1g を量り, 硫酸 100ml を加えて溶かす。本液は, 無色である。~~

ジフェニルエーテル $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}$ [101-84-8]

本品は, 無色の結晶で, 特異なにおいがある。

~~純度試験 (1) 沸点 254~259°C~~

~~(2) 融点 25~28°C~~

純度試験 (3) 類縁物質 本品 1.0 g を酢酸エチル 100 ~~ml~~ mL に溶かし, 検液とする。この液 1 ~~ml~~ mL を正確に量り, 酢酸エチルを加えて正確に 100 ~~ml~~ mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5 ~~ml~~ μL ずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 12m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ フューズドシリカ管の内面 にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.0 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C から ~~300°C~~ まで 毎分 10°C で 300°C まで 昇温する。

注入口温度 300°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジフェニルエーテルのピークが約 3 分後に現れるように調整する。

ジブチルエーテル [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3$]₂O [142-96-1]

本品は, 無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.398 \sim 1.400$

比重 $d_{20}^{20}=0.764\sim 0.770$

沸点 141~143°C

ジブチルヒドロキシトルエン $C_{15}H_{24}O$ [128-37-0]

本品は、白~微黄色の結晶、粉末又は粒状である。

含量 98.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $2,960\text{cm}^{-1}$, $1,430\text{cm}^{-1}$, $1,360\text{cm}^{-1}$, $1,230\text{cm}^{-1}$, $1,150\text{cm}^{-1}$, $1,120\text{cm}^{-1}$, $1,030\text{cm}^{-1}$, 880cm^{-1} , 870cm^{-1} , 770cm^{-1} 及び 580cm^{-1} 付近に吸収帯を認める。

融点 69~72°C

溶状 ほとんど澄明 (1 g, エタノール (99.5) 20mL)

定量法 本品1 gを量り、アセトンを加えて10mLとし、検液とする。検液1μLを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の3倍までとする。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ約30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用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 190°C

注入口温度 240°C

検出器温度 250°C

注入方式 スプリット (100 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

~~2,6-ジブromoキノクロイミド~~ ~~2,6-ジブromo-N-クロロ-p-ベンゾキノンモノイミン~~を見よ。

2,6-ジブromo-N-クロロ-p-ベンゾキノンモノイミン $C_6H_2Br_2ClNO$ [K8491, 特級] [537-45-1] 【2,6-ジブromoキノクロイミド】

~~四ホウ酸ナトリウム10水和物~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ [四ほう酸ナトリウム十水和物, K8866, 特級及びpH標準溶液用] [1303-96-4] 【ホウ酸ナトリウム, 四ホウ酸ナトリウム10水和物】

~~四ホウ酸ナトリウム10水和物, pH測定用~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH測定用 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ [四ほう酸ナトリウム十水和物, pH標準溶液用, K8866, pH標準溶液用] [1303-96-4] 【ホウ酸ナトリウム, pH測定用, 四ホウ酸ナトリウム10水和物, pH測定用】

四ホウ酸ナトリウム試液 (0.1mol/L) 四ホウ酸ナトリウム十水和物38.1 gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム十水和物0.95 gを硫酸100mLに溶かす。

~~ジメチルアニリン~~ $C_6H_5N(CH_3)_2$ [~~N,N~~-ジメチルアニリン, K8493 : 1980] ~~本品は、特異なおいがする液体で、新たに蒸留したものは無色であるが、次第に赤~赤褐色となる。~~
~~凝固点 -1.9°C以上~~

~~屈折率 n_D^{20} = 1.556 ~ 1.560~~

~~比重 0.955 ~ 0.960~~

~~p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド を見よ。~~

~~4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド $C_{11}H_{13}NO$~~

~~[6023-18-5] 【4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド】~~

~~だいたい色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがある。~~

~~融点 140 ~ 142°C~~

~~純度試験 溶状 本品 0.2 g をエタノール (95) 20 ~~mL~~ に溶かすとき、液は澄明である。~~

~~乾燥減量 0.5% 以下 (105°C, 2時間)~~

~~強熱残分 0.1% 以下 (1 g)~~

~~窒素含量 7.8 ~ 8.1% (105°C, 2時間, 乾燥後, 窒素定量法)~~

~~p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド Δ ・エタノール (95) 溶液 (1 → 2,000) 10 ~~mL~~ を量り, 用時酢酸 1 ~~mL~~ を加える。~~

~~p-ジメチルアミノベンズリデンロダニン $C_{12}H_{12}N_2O_2S_2$ [K8495]~~

~~p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド を見よ。~~

~~4-ジメチルアミノベンズアルデヒド p-ジメチルアミノベンズアルデヒド $(CH_3)_2NC_6H_4CHO$~~

~~HO [p-ジメチルアミノベンズアルデヒド, K8496, 特級] [100-10-7] 【パラジメチルアミノベンズアルデヒド, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド】~~

~~☆ p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 【パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液】 パラジメチルアミノベンズアルデヒド p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 125mg を量り, 冷した硫酸 (13 → 20) 100 ~~mL~~ を加えて溶かし, 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1 → 10) ~~0.05 mL~~ 50 μ L を加える。本液は, 調製後 7 日以内に用いる。~~

~~N, N-ジメチルカゼイン 乳製ジメチルカゼイン 酵素活性試験法に適するものを用いる。~~

~~ジメチルグリオキシム $(CH_3)_2C_2(NO)_2$ [K8498, 特級] [95-45-4]~~

~~ジメチルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り) 薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り) → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動~~

~~ジメチルスルホキシド $(CH_3)_2SO$ [K9702, 特級] [67-68-5]~~

~~☆ ジメチルスルホキシド, 紫外吸収スペクトル測定用~~

~~本品は, 無色透明の結晶又は液体で, 吸湿性が強く, 特異なおいがある。本品の水分は, 0.1% 以下で, 凝固点は, 18.3°C である。蒸留水を対照として窒素を飽和して直ちにその吸光度を測定するとき, 270nm で 0.20 以下, 275nm で 0.09 以下, 280nm で 0.06 以下及び 300nm で 0.015 以下である。また, 260 ~ 350nm で特異な吸収を認めない。~~

~~本品は, 無色澄明の液体である。~~

~~本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき, 波数 $2990cm^{-1}$, $2910cm^{-1}$, $1440cm^{-1}$, $1310cm^{-1}$, $1050cm^{-1}$, $950cm^{-1}$, $700cm^{-1}$ 及び $670cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。~~

~~密度 1.098 ~ 1.103 g/mL (20°C)~~

~~吸光度 0.20 以下~~

~~本品を水を対照として波長 280nm における吸光度を測定するとき, 0.20 以下である。~~

~~純度試験 溶状 澄明 (2 mL, 水 20mL)~~

水分 0.05%以下 (10 g, 容量滴定法, 直接滴定)

ジメチルスルホキシド試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300~~mL~~mLを1 Lの分液漏斗に入れ、リン酸 75~~mL~~mLを加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン~~紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン 150~~mL~~mLを加えて振り混ぜ、更に 10 分間放置し、下層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

ジメチルスルホキシド, 紫外吸収スペクトル測定用 → 「**ジメチルスルホキシド試液**」の前に移動
 ~~$N-(3, 3\text{-ジメチルブチル})-L-\alpha\text{-アスパルチル}-L\text{-フェニルアラニン}$~~ ~~$N-[N-(3, 3\text{-ジメチルブチル})-\alpha\text{-アスパルチル}]-\text{フェニルアラニン}$~~ を見よ。

~~$N-[N-(3, 3\text{-ジメチルブチル})-L-\alpha\text{-アスパルチル}]-L\text{-フェニルアラニン}$~~ C₁₉
H₂₈N₂O₅

主としてネオテームをアルカリ条件下で加水分解して得られる。本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき、波数 3~~→~~290cm⁻¹, 3~~→~~150cm⁻¹, 2~~→~~960cm⁻¹, 1~~→~~690cm⁻¹, 1~~→~~560cm⁻¹, 750cm⁻¹及び700cm⁻¹の~~それぞれ~~のそれぞれの付近に吸収~~帯~~帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を「ネオテーム」の定量法中の移動相と同一組成の液 100~~mL~~mLに溶かし、検液とする。この液 1 ~~mL~~mLを正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100~~mL~~mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 25~~μL~~μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 5 倍までとする。

操作条件 「ネオテーム」の定量法の操作条件を準用する。ただし、流量は、 $N-(3, 3\text{-ジメチルブチル})-L-\alpha\text{-アスパルチル}-L\text{-フェニルアラニン}$ の保持時間が約 4 分~~間~~間になるように調整する。

強熱残分 0.2%以下

~~ジメチルホルムアミド~~ ~~$N, N\text{-ジメチルホルムアミド}$~~ を見よ。

$N, N\text{-ジメチルホルムアミド}$ HCON(CH₃)₂ [K8500, 特級] [68-12-2] 【ジメチルホルムアミド】

1, 2-ジメトキシエタン C₄H₁₀O₂ [110-71-4]

本品は、無色透明の液体でジエチルエーテルのようににおいがあり、水、エタノール (95) 及び炭化水素系の溶媒に溶けやすい。

含量 本品は、1, 2-ジメトキシエタン (C₄H₁₀O₂) 99.0%以上を含む。

沸点 82～83℃

定量法 本品につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん~~ん~~ん 填充剤

液相 担体に対して 10%のポリエチレングリコール 20M

担体 177～250μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3～4mm, 長さ2mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 70～80℃の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 50mL/分

ジメドン $C_8H_{12}O_2$ [126-81-8]

本品は, 白～微黄色の結晶性の粉末である。

融点 145～149℃

ジメドン試液 ジメドン5gを量り, エタノール(99.5)を加えて溶かし、100mLとする。用時調製する。

☆弱塩基性DEAEセルロース陰イオン交換体(—O—C₂H₄—N(C₂H₅)₂型) 【弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体, DEAEセルロース陰イオン交換体(—O—C₂H₄—N(C₂H₅)₂型), 弱塩基性】

多孔性を有するセルロースにジエチルアミノエチル基を導入した弱塩基性陰イオン交換体を用いる。

~~弱塩基性陰イオン交換樹脂 陰イオン交換樹脂, 弱塩基性を見よ。~~

☆弱塩基性陰イオン交換樹脂(OH型) 本品は, 弱塩基性のポリスチレンポリアミンで, 黄～黄褐色で, の粒状の物質である。 その粉末粒度は, 標準網ふるい600μmを通過し, 標準網ふるい425μmをほとんど通過しない。

~~本品約50gを量り, 水に30分間浸した後, 内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム溶液(1→25)500mLを注ぎ, 1分間約8mLの速さで流出させた後, 洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し, 次の試験を行う。~~

確認試験 ~~この樹脂本品10mLを量り,~~ 内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み, 0.1mol/L塩酸70mLを1分間約2mLの速さで流出させた液はpH4.0～8.0である。

総イオン交換容量 1.2ミリ当量/mL以上

本品5.0mLを量り, ろ紙で付着水を除き, 0.2mol/L塩酸500mLを正確に量って加え, 時々振り混ぜながら12時間放置する。その上澄液10mLを正確に量り, 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液3滴)。別に空試験を行い, 次式によって総イオン交換容量を求める。ただし, 固形分(%)は, 本品10.0gを量り, 40℃で4kPaの減圧デシケーター中で12時間乾燥した時の, 乾燥前の質量に対する質量分率とする。

総イオン交換容量(ミリ当量/mL)

空試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(mL)

—本試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(mL)

= _____ × 5

試料の採取量(mL) × 固形分(%) / 100

~~弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体 DEAEセルロース陰イオン交換体(—O—C₂H₄—N(C₂H₅)₂型), 弱塩基性を見よ。~~

弱酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂 →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~弱酸性陽イオン交換樹脂（微粒）—陽イオン交換樹脂，弱酸性（微粒）を見よ。~~

☆弱酸性陽イオン交換樹脂（微粒）

本品は、弱酸性のメタクリル系カルボン酸の水素イオン型で、白色で、その粉末度は、標準網ふるい150 μm を通過し、標準網ふるい75 μm をほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に約1時間浸し、その懸濁している上澄液が澄明になるまで2～3回傾斜した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250~~mL~~mLを注ぎ、1分間約4~~mL~~mLの速さで流出させた後、洗液がプロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10~~mL~~mLを量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液80~~mL~~mLを1分間約2~~mL~~mLの速さで流出させた液はpH4.0～6.5である。

臭化カリウム KBr [K8506, 特級] [7758-02-3]

臭化カリウム，赤外吸収スペクトル測定用 臭化カリウム単結晶又は臭化カリウムを砕き、標準網ふるい75 μm を通過したものを集め、120 $^{\circ}\text{C}$ で10時間又は500 $^{\circ}\text{C}$ で5時間乾燥した粉末である。これを用いて成形した錠剤の赤外吸収スペクトルは、特異な吸収を認めない。

~~臭化シアン試液，チアミン定量用—氷冷した水100mLを量り，臭素2mLを加え，激しく振り混ぜた後，氷冷したチオシアン酸カリウム溶液（1→10）を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する。本液は，ドラフト中で調製し，1か月以内に用いる。本液の蒸気は，極めて有毒であるから取扱いに際し，吸入しないように注意する~~

~~臭化水銀（II）— HgBr_2 —[K8513]~~

~~臭化第二水銀—臭化水銀（II）を見よ。~~

~~臭化第二水銀紙—臭化水銀（II）5gを量り，エタノール100mLを加え，穏やかに加熱して溶かす。この液にクロマトグラフィー用ろ紙を幅約3cm，長さ約10cmに切ったものを浸し，ときどき揺り動かしながら約1時間暗所に放置した後，取り出し，暗所で水平に保って自然乾燥し，直径約18mmの円形に切り，褐色瓶に入れ，密栓して暗所に保存する。呈色を試験する部分に手を触れてはならない。~~

臭化テトラメチルアンモニウム $\text{C}_4\text{H}_{12}\text{BrN}$ [64-20-0]

含量 98.0%以上

本品は，白色～帯黄白色の結晶で，揮発性がある。

確認試験 (1) 本品1gに水20mLを加えて溶かす。本液10mLに塩酸（1→6）1mL及びp-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液1mLを加え，更に酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜるとき，酢酸エチル層は褐色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき，波数1490 cm^{-1} ，1400 cm^{-1} 及び950 cm^{-1} 付近に主な吸収を認める。

純度試験 溶状（1g，20mL，澄明）

乾燥減量 0.5%以下（1g，105 $^{\circ}\text{C}$ ，2時間）

定量法 本品0.3gを量り，水50mL及び硝酸（1→3）5mLを加えて溶かし，0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認は，電位差計を用い，指示電極は銀電極を，参照電極は銀比較電極を用いる。ただし，指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L硝酸銀溶液1mL=0.015405g [$\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$]Br

臭化ナトリウム NaBr [K8514, 特級] [7647-15-6]

~~重クロム酸カリウム—ニクロム酸カリウムを見よ。~~

~~重クロム酸カリウム (標準試薬)—ニクロム酸カリウム (標準試薬) を見よ。~~

~~シュウ酸—シュウ酸2水和物を見よ。~~

シュウ酸2水和物 シュウ酸二水和物 HOOC COOH · 2 H₂O [しゅう酸二水和物, K8519, 特級] [6153-56-6] 【シュウ酸, シュウ酸2水和物】

~~シュウ酸アンモニウム—シュウ酸アンモニウム1水和物を見よ。~~

シュウ酸アンモニウム1水和物 シュウ酸アンモニウム一水和物 H₄NOOC COONH₄ · H₂O [しゅう酸アンモニウム一水和物, K8521, 特級] [6009-70-7] 【シュウ酸アンモニウム1水和物, シュウ酸アンモニウム】

シュウ酸ナトリウム (標準試薬標準物質) NaOCCOONa [容量分析用標準物質, しゅう酸ナトリウム, K8005] [62-76-0] 【シュウ酸ナトリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

重水素化アセトニトリル CD₃CN [2206-26-0]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化クロロホルム, ~~NMR スペクトル測定用~~ CDCl₃ [865-49-6] 【NMR スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム, NMR スペクトル測定用】 NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化ジメチルスルホキシド C₂D₆O S [2206-27-1]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化メタノール CD₃OD [811-98-3]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

臭素 Br₂ [K8529, 特級] [7726-95-6]

~~臭素・塩酸試液—臭素・臭化カリウム試液 1ml を量り, 無ヒ素塩酸 100ml を加える。~~

臭素酸カリウム KBrO₃ [K8530, 特級] [7758-01-2]

臭素酸カリウム・臭化カリウム試液 臭素酸カリウム 1.4 g 及び臭化カリウム 8.1 g を量り, 合わせ, 水を加えて溶かし, 100mL とする。

臭素試液 臭素の飽和溶液である。栓にワセリンを塗布した共栓瓶に臭素 2 ~ 3 mL を入れ, 冷水 100 mL を加え, 密栓して振り混ぜ, 水層を用いる。遮光してなるべく冷所に保存する。

~~臭素・臭化カリウム試液—臭素 30g 及び臭化カリウム 30 g を量り, 合わせ, 水を加えて溶かして 100ml とする。~~

臭素・臭化カリウム試液, オキシエチレン測定用 臭素 1 mL を量り, 臭化カリウム 5 g で飽和した酢酸 300 mL に加える。用時調製する。

~~酒石酸—L—酒石酸を見よ。~~

L—酒石酸 L (+) —酒石酸 HOOCCH(OH)CH(OH)COOH [L—(+)—酒石酸, K8532, 特級] [87-69-4] 【酒石酸, L—酒石酸】

~~酒石酸アンモニウム—H₄NOOCCH(OH)CH(OH)COONH₄—[(+)—酒石酸アンモニウム, K8534]~~

~~酒石酸カリウムナトリウム—酒石酸カリウムナトリウム4水和物を見よ。~~

酒石酸カリウムナトリウム4水和物 (+) —酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 → 「硝酸」の前

に移動

~~酒石酸水素ナトリウム—酒石酸水素ナトリウム1水和物を見よ。~~

酒石酸水素ナトリウム1水和物 (+) —酒石酸水素ナトリウム一水和物 $\text{HOOCCH(OH)CH(OH)COONa} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [~~(+)~~—~~酒石酸水素ナトリウム一水和物~~, K8538] [526-94-3] 【酒石酸水素ナトリウム1水和物, 酒石酸水素ナトリウム】

本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、水にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

含量 99.0%以上

定量法 本品約 4.0 g を精密に量り、水（二酸化炭素除去）200mL を加え、加熱して溶かし、冷後、指示薬としてフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 190.08 mg $\text{HOOCCH(OH)CH(OH)COONa} \cdot \text{H}_2\text{O}$

~~酒石酸ナトリウム—酒石酸ナトリウム2水和物を見よ。~~

酒石酸ナトリウム2水和物 (+) —酒石酸ナトリウム二水和物 $\text{NaOOCCH(OH)CH(OH)COONa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [(+)~~—酒石酸ナトリウム二水和物~~, K8540, 特級] [6106-24-7] 【酒石酸ナトリウム2水和物, 酒石酸ナトリウム】

☆ (+) —酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 $\text{NaOOCCH(OH)CH(OH)COOK} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [(+)~~—酒石酸ナトリウムカリウム四水和物~~, K8536, 特級] [6381-59-5] 【酒石酸カリウムナトリウム4水和物, 酒石酸カリウムナトリウム】

硝酸 HNO_3 [K8541, 特級] [7697-37-2]

~~硝酸, 希10%硝酸試液~~ → 「硝酸ストロンチウム」の前に移動

硝酸アンモニウム NH_4NO_3 [K8545, 特級] [6484-52-2]

硝酸カリウム KNO_3 [K8548, 特級] [7757-79-1]

硝酸銀 AgNO_3 [K8550, 特級] [7761-88-8]

硝酸銀アンモニア試液 硝酸銀 1 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、かき混ぜながら、沈殿がほとんど溶けるまでアンモニア試液を滴加し、ろ過する。遮光した容器に密栓して保存する。

硝酸銀・エタノール試液 硝酸銀 15 g を水 50 mL に溶かし、エタノール (95) 400 mL を加えて混合し、硝酸数滴を加え、褐色瓶に保存する。

~~硝酸コバルト—硝酸コバルト (II) 6 水和物を見よ。~~

~~硝酸コバルト (II) 6 水和物~~ 硝酸コバルト (II) 六水和物 $\text{Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~硝酸コバルト (II) 六水和物~~, K8552, 特級] [10026-22-9] 【硝酸コバルト (II) 6 水和物, 硝酸コバルト】

硝酸試液 (1 mol/L) 濃度 69~70% の硝酸の場合は 6.4 mL, 濃度 65~66% の硝酸の場合は 6.9 mL, 濃度 60~61% の硝酸の場合は 7.6 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。

~~硝酸試液 (0.1 mol/L) —濃度 69~70% の硝酸の場合は 6.4 mL を量り、水を加えて 1,000 mL とし、濃度 65~66% の硝酸の場合は 6.9 mL を量り、水を加えて 1,000 mL とし、濃度 60~61% の硝酸の場合は 7.6 mL を量り、水を加えて 1,000 mL とする。~~

☆ 10%硝酸試液 【希硝酸, 硝酸, 希】 硝酸 10.5 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。~~(10%)~~

硝酸ストロンチウム $\text{Sr(NO}_3)_2$ [K8554, 特級] [10042-76-9]

~~硝酸セリウムアンモニウム—硝酸セリウム (IV) アンモニウムを見よ。~~

~~硝酸セリウム (IV) アンモニウム~~ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) → 「硝酸パラジウム」の前に移動

~~硝酸第二水銀試液~~ 黄色酸化第二水銀 40 g を量り、硝酸 32ml 及び水 15ml を加えて溶かす。遮光した共栓瓶に保存する。(4mol/L)

~~硝酸鉛~~ 硝酸鉛 (II) を見よ。

硝酸鉛 (II) $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ [K8563, 特級] [10099-74-8] 【硝酸鉛】

☆ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$ [硝酸二アンモニウムセリウム (IV), K8556, 特級] [16774-21-3] 【硝酸セリウムアンモニウム, 硝酸セリウム (IV) アンモニウム】

硝酸パラジウム $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ~~[K9069-1957]~~ [10102-05-3]

本品は、黒褐色の潮解性の結晶で、水に混濁して溶ける。

含量 97.0~102.0%

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、塩酸 (2→3) 2 mL 及び水 50 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却後、メスフラスコに入れ 200 mL にする。その 40 mL を正しく量り、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 40 mL を正しく加え、水 50 mL を加えた後、酢酸ナトリウム溶液 (1→5) で pH 5 に調整し、5 分間煮沸し冷却後、水 80 mL を加え、指示薬としてキシレノールオレンジ試液を加え、pH 5 に保ちながら 0.01 mol/L 酢酸亜鉛溶液で滴定する。終点は液の黄色が帯赤黄色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 2.3043 mg $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$

硝酸パラジウム試液 硝酸パラジウム 0.108 g ~~を~~量り、硝酸 (1→2) 10 mL を加え、水を加えて正確に 500 mL とする。この溶液 20 mL を正確にとり量り、水を加えて正確に 200 mL とする。

~~硝酸ビスマス~~ 硝酸ビスマス 5 水和物を見よ。

硝酸ビスマス 5 水和物 硝酸ビスマス五水和物 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [硝酸ビスマス五水和物, K8566, 特級] [10035-06-0] 【硝酸ビスマス, 硝酸ビスマス 5 水和物】

硝酸ビスマス試液 ~~硝酸ビスマス~~ 硝酸ビスマス五水和物 5 g を量り、水 25 mL 及び酢酸 25 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 250 mL とする。

~~硝酸マグネシウム~~ 硝酸マグネシウム 6 水和物を見よ。

硝酸マグネシウム 6 水和物 硝酸マグネシウム六水和物 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [硝酸マグネシウム六水和物, K8567, 特級] [13446-18-9] 【硝酸マグネシウム, 硝酸マグネシウム 6 水和物】

蒸留水 日本薬局方精製水を用いる。

~~ジラール試薬 P~~ $[\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_3\text{O}]\text{Cl}$

~~本品は、白～淡黄だいたい色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、水に溶けやすい。また、メタノールにやや溶けにくく、エタノールにほとんど溶けない。~~

~~含量~~ 本品は、塩化 1-(2-ヒドラジノ-2-オキシエチル)ピリジニウム ($\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_3\text{O}$) 95.0% 以上を含む。

~~融点~~ 200~203°C

~~定量法~~ 105°C で恒量になるまで乾燥した本品約 0.3 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、硝酸 (1→3) 3 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 18.76 mg $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{Cl}$

シリカゲル SiO_2 [Z0701] [7631-86-9]

日本工業規格包装用シリカゲル乾燥剤A形をあらかじめ 170~190℃で約2時間加熱し、デシケーター中で放冷したものを用いる。

~~シリカゲル,液体クロマトグラフィー用~~液体クロマトグラフィー用シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル,ガスクロマトグラフィー用~~ガスクロマトグラフィー用シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル,薄層クロマトグラフィー用~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル,薄層クロマトグラフィー用(蛍光剤入り)~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り) →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

シリカゲルミニカラム(500mg) 内径10~25mmのポリエチレン製のカラム管に、シリカゲル0.5gを充填したもの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

シリコーン樹脂 【シリコン樹脂】

淡灰色半透明の粘性の液又はペースト状の物質で、においがほとんどない。

屈折率及び粘度 ~~本品15gをソックスレー抽出器に入れ、四塩化炭素150mLで3時間抽出し、抽出液を水浴上で蒸発~~本品20gを量り、ヘキサン100mLを加えて毎分約200回の往復振とうで3時間振とうした後、毎分10000回転で30分間遠心分離する。上澄液をとり、沈殿物にヘキサン50mLを加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離する。上澄液を合わせ、減圧下、50~60℃の水浴中で加温してヘキサンを留去し、105℃で1時間乾燥して得た液体の動粘度は100~1,100mm²/s(25℃)、屈折率は1.400~1.410(25℃)である。

比重 $d_4^{20}=0.98\sim1.02$

乾燥減量 屈折率及び粘度の項の抽出残留物につき0.45~2.25g(100℃,1時間)

~~シリコン樹脂—シリコーン樹脂を見よ—~~

シリコーン油 本品は、無色透明の液で、においが無い。

動粘度 50~100mm²/s

シリル化試液 N , O -ビス(トリメチルシリル)アセトアミド3mLを量り、ジメチルホルムアミド N,N -ジメチルホルムアミド2mLを加えて溶かす。用時調製する。

水酸化カリウム KOH [K8574, 特級] [1310-58-3]

水酸化カリウム溶液(高純度) KOH [1310-58-3]

含量 40~50%

定量法 本品約2gを精密に量り、200mLの共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水(二酸化炭素除去)50mLを加えて溶かし、栓をして5分間放置する。この液を1mol/L塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬(フェノールフタレイン溶液3滴)を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。

1mol/L塩酸1mL=56.11mg KOH

水酸化カリウム溶液(半導体用) KOH [1310-58-3]

含量 40~50%

定量法 本品約 2 g を精密に量り、200mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水（二酸化炭素除去）50mL を加えて溶かし、栓をして 5 分間放置する。この液を 1 mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬（フェノールフタレイン溶液 3 滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 56.11mg KOH

~~水酸化カリウム試液、エタノール製 3.5w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液~~ → 「35% 水酸化カリウム試液、メタノール製」の前に移動

~~10% 水酸化カリウム試液、エタノール製 10w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液~~ 【エタノール製 10% 水酸化カリウム試液、10% 水酸化カリウム試液、エタノール製】 水酸化カリウム 10 g を量り、エタノール (95) を加えて溶かし、~~100 mL~~ とする。用時調製する。

☆ ~~3.5w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液~~ 【エタノール製水酸化カリウム試液、水酸化カリウム試液、エタノール製】 水酸化カリウム 35 g を量り、水 ~~20 mL~~ を加えて溶かし、エタノール (95) を加えて ~~1,000 mL~~ とする。密栓して保存する。

水酸化カリウム試液 (0.01mol/L) 1 mol/L 水酸化カリウム溶液に水（二酸化炭素除去）を加えて 100 倍容量に薄める。ポリエチレン等の樹脂製容器で密栓して保存する。

~~35% 水酸化カリウム試液、メタノール製~~

~~水酸化カリウム 35 g を量り、水 25ml を加えて溶かし、メタノールを加えて 100ml とする。~~

水酸化カルシウム Ca(OH)₂ [K8575, 特級] [1305-62-0]

~~水酸化カルシウム, pH 測定用 Ca(OH)₂ [水酸化カルシウム, K8575]~~

23~27°C で得た飽和溶液で 25°C において pH12.45 のものを用いる。

水酸化カルシウム試液 酸化カルシウム 10 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 ~~40 mL~~ を加えてしばらく放置し、更に新たに煮沸し冷却した水 ~~1,000 mL~~ を加え、密栓して振り混ぜた後静置する。上澄液を傾斜して除き、更に新たに煮沸し冷却した水 ~~1,000 mL~~ を加え、密栓し、時々強く振り混ぜながら 1 時間放置する。用時上澄液を傾斜又はろ過して用いる。

水酸化テトラブチルアンモニウム・メタノール試液

本品は無色～わずかにうすい黄色の液体である。

含量 10%以上

本品 5 g を量り、水 50mL を加え、0.1mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。

0.1mol/L 塩酸 1 mL = 25.947mg [(CH₃CH₂CH₂CH₂)₄N] OH

水酸化ナトリウム NaOH [K8576, 特級] [1310-73-2]

水酸化ナトリウム溶液 (高純度) NaOH [高純度試薬-水酸化ナトリウム溶液, K9906] [1310-73-2]

水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) NaOH [1310-73-2]

定量法 本品約 2 g を精密に量り、200mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水（二酸化炭素除去）50mL を加えて溶かし、栓をして 5 分間放置する。この液を 1 mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬（フェノールフタレイン溶液 3 滴）を用いる。電位差計を用いる

場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 40.00 mg NaOH

水酸化ナトリウム試液 (10 mol/L) 水酸化ナトリウム 400 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (5 mol/L) 水酸化ナトリウム 200 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) 水酸化ナトリウム 160 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (3 mol/L) 水酸化ナトリウム 12.6 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 水酸化ナトリウム 80 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 水酸化ナトリウム 4.3 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

~~水酸化ナトリウム試液, 0.5 mol/L~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 水酸化ナトリウム 22 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

~~水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.2 mol/L) 水酸化ナトリウム 8.0 g を量り、新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1,000 mL とする。用時調製する。

水酸化ナトリウム試液 (0.12 mol/L) 水酸化ナトリウム 4.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

~~水酸化ナトリウム試液, 希~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 【希水酸化ナトリウム試液, 水酸化ナトリウム試液, 希】 水酸化ナトリウム 4.3 g を量り、新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1,000 mL とする。用時調製する。 ~~(0.1 mol/L)~~

水酸化ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.04 mol/L) 水酸化ナトリウム 1.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.02 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 200 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.01 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 10 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。用時製する。

~~5% 水酸化ナトリウム試液, メタノール製~~ 水酸化ナトリウム 5 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、メタノールを加えて 100 mL とし、静置した後、上澄液を用いる。

~~水酸化バリウム~~ 水酸化バリウム 8 水和物を見よ。

~~水酸化バリウム 8 水和物~~ 水酸化バリウム 8 水和物 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ [水酸化バリウム 8 水和物, K8577, 特級] [12230-71-6] 【水酸化バリウム, 水酸化バリウム 8 水和物】

水素 H_2 [K0512] [1333-74-0]

含量 99.99 vol% 以上のものを用いる。

水分測定用イミダゾール イミダゾール，水分測定用を見よ。

水分測定用エチレングリコール エチレングリコール，水分測定用を見よ。

水分測定用塩化カルシウム 塩化カルシウム，水分測定用を見よ。

水分測定用塩化コリン 塩化コリン，水分測定用を見よ。

水分測定用クロロホルム クロロホルム，水分測定用を見よ。

水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル ジエチレングリコールモノエチルエーテル，水分測定用を見よ。

~~水分測定用試液 ヨウ素 63 g を量り，水分測定用ピリジン 100 mL を加えて溶かし，氷冷し，乾燥した二酸化硫黄をその増量が 32.3 g に達するまで通した後，水分測定用メタノールを加えて 500 mL とし，24 時間以上放置した後用いる。日時の経過とともに変化するので用時標定する。遮光して湿気を避け，冷所に保存する。~~

~~標定 水分測定法の操作法に従い，水分測定用メタノール 25 mL を乾燥滴定フラスコに入れ，水分測定用試液を終点まで注意して加える。次に水約 50 mg を精密に量って速やかに加え，湿気を遮り，水分測定用試液で終点まで滴定する。水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H₂O) の mg 数 f を次式によって求める。~~

$$f = \text{水 (H}_2\text{O) の採取量 (mg)} / \text{水に対する水分測定用試液の滴定量 (mL)}$$

次のいずれかの方法により調製する。なお，同等以上の精度がある場合には，他の調製方法による水分測定用試液を使用することができる。

(i) 調製法 1 ヨウ素 63 g を水分測定用ピリジン 100 mL に溶かし，氷冷し，乾燥した二酸化硫黄を通じ，その増量が 32 g に達したとき，水分測定用クロロホルムを加えて 500 mL とし，24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け，冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

(ii) 調製法 2 水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 350 mL に溶かし，氷冷し，液温を 25～30℃に保ちながら，乾燥した二酸化硫黄を通じ，その増量が 64 g に達したとき，ヨウ素 50 g を加えて溶かし，24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け，冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

(iii) 調製法 3 水分測定用炭酸プロピレン 220 mL に乾燥した二酸化硫黄を通じ，その増量が 32 g に達したとき，水分測定用 2-メチルアミノピリジン 81 g を水分測定用炭酸プロピレン又は水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 180 mL に溶かして氷冷した液に加え，更にヨウ素 36 g を加えて溶かし，24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け，冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

標定 水分測定法の操作法に従い，水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとる。これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水約 30 mg を精密に量り，速やかに滴定フラスコに入れ，激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H₂O) のミリグラム数 f (mg/mL) を次の式により求める。

水分測定用炭酸プロピレン 炭酸プロピレン，水分測定用を見よ。

水分測定用ピリジン ピリジン，水分測定用を見よ。

水分測定用メタノール メタノール，水分測定用を見よ。

水分測定用 2-メチルアミノピリジン 2-メチルアミノピリジン，水分測定用を見よ。

~~水溶性アナトー用塩化第一スズ・塩酸試液~~ ~~塩化第一スズ・塩酸試液~~、~~水溶性アナトー用~~を見よ。

スクシニルトリアラニンパラニトロアニリド $C_{19}H_{25}N_5O_8$ N-スクシニル-L-アラニル-L-アラニル-L-アラニン4-ニトロアニリド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆スクロース $C_{12}H_{22}O_{11}$ [K8383] [57-50-1] 【白糖】

日本薬局方精製白糖を用いる。

スチグマステロール スチグマステロール、定量用を見よ。

スチグマステロール、定量用 $C_{29}H_{48}O$ [83-48-7]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品5mgをヘキサン2mLに溶かし、無水酢酸1mL及び硫酸1滴を加えて振り混ぜるとき、下層は、直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

融点 165~170°C

純度試験 本品80mgにアセトン20mLを加えて溶かし、検液とする。検液1.5mLを正確に量り、アセトンを加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ2μLずつ量り、「植物性ステロール(遊離体高濃度品)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

スチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂 吸着剤用に製造された多孔性樹脂。

~~スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂~~、~~ガスクロマトグラフィー用~~ガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂 →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ステアリン酸 $C_{18}H_{36}O_2$ [K8585, 特級] [57-11-4]

ステアリン酸メチル $C_{19}H_{38}O_2$ [112-61-8]

本品は、白~黄色の結晶状の塊である。

融点 38°C付近

ステビオシド $C_{38}H_{60}O_{18}$ [57817-89-7]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2940 cm^{-1} 、1750 cm^{-1} 、1660 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1230 cm^{-1} 、1170 cm^{-1} 、1080 cm^{-1} 、1040 cm^{-1} 、890 cm^{-1} 及び630 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品10mgを量り、メタノール0.5mL、クロロホルム0.5mL及び水0.1mLを加えて溶かす。この液5μLにつき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf値0.6付近に主スポットを認める。

純度試験 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液10μLにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

ステビオシド、定量用 $C_{38}H_{60}O_{18}$ [57817-89-7]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 ~~本品0.6gを水100mLに溶かし、1-ブタノール100mLを加え、よく振り混ぜた後、放置する。1-ブタノール層5mLを試験管にとり、アントロン試液5mLを管壁に沿って静かに加え~~

~~層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。ステビオシドの確認試験の(1)及び(2)を準用する。~~

~~純度試験 類縁物質 本品 0.05g をアセトニトリル/水混液(4:1) 50mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液(4:1)を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。~~

~~操作条件 「ステビア抽出物」の定量法の操作条件を準用する。ただし、流量は、ステビオシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。本品 5 mg に水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7:3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 μ L につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。~~

乾燥減量 5.0%以下 (50mg, 105°C, 2時間)

ステビオール配糖体 4 種混合液 ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A を水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7:3) に溶かしてそれぞれ 0.1mg/mL となるように調製する。

ステビオール配糖体 9 種混合液 ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド B、レバウジオシド C、レバウジオシド D、レバウジオシド F、ズルコシド A、ルブソシド及びステビオールピオシドを水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7:3) に溶かしてそれぞれ 0.1mg/mL となるように調製する。

ステビオールピオシド $C_{32}H_{50}O_{13}$ [41093-60-1]

本品は、白～淡褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3370 cm^{-1} 、2940 cm^{-1} 、1700 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1370 cm^{-1} 、1240 cm^{-1} 、1170 cm^{-1} 、1080 cm^{-1} 、1030 cm^{-1} 及び 890 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、1, 4-ジオキサソ 1 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、メタノール/クロロホルム/水混液 (27:20:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、水/硫酸混液 (20:1) を噴霧し、200°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 本品 5 mg に水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7:3) 5 mL を加えて混合し、検液とする。検液 10 μ L につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 40 分間までとする。

~~NMR スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム, NMR スペクトル測定用を見よ。~~

ズルコシド A $C_{38}H_{60}O_{17}$ [64432-06-0]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} 、

2920cm⁻¹, 1730cm⁻¹, 1640cm⁻¹, 1450cm⁻¹, 1340cm⁻¹, 1230cm⁻¹, 1080cm⁻¹, 900cm⁻¹, 810cm⁻¹及び640cm⁻¹付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、メタノール 0.5mL, クロロホルム 0.5mL 及び水 0.1mL を加えて溶かす。この液 5μL につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。

純度試験 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

スルファニル酸 NH₂C₆H₄SO₃H [K8586, 特級] [121-57-3]

スルファニル酸アゾG塩色素 C₁₆H₉N₂Na₃O₁₀S₃ 本品は、7-ヒドロキシ-8-(4-スルホフェニルアゾ)-1,3-ナフタレンスルホン酸三ナトリウムで、だいたい赤色の粉末である。

比吸光度 E_{1cm}^{1%} (475nm 付近の極大吸収部) = 303 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の色素 A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 5 号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

スルファニル酸アゾR塩色素 C₁₆H₉N₂Na₃O₁₀S₃ 本品は、3-ヒドロキシ-4-(4-スルホフェニルアゾ)-2,7-ナフタレンスルホン酸三ナトリウムで、だいたい赤色の粉末である。

比吸光度 E_{1cm}^{1%} (488nm 付近の極大吸収部) = 432 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の色素 A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 5 号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

スルファニル酸アゾ β-ナフトール色素 C₁₆H₁₁N₂NaO₄S

本品は、4-(2-ヒドロキシ-1-ナフチルアゾ)ベンゼンスルホン酸一ナトリウムで、だいたい赤の粉末である。

比吸光度 E_{1cm}^{1%} (484nm 付近の極大吸収部) = 640 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の色素 A液 10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色5号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

~~スルファニル酸試液—スルファニル酸0.50gに希塩酸20mlを加え、加温して溶かし、水を加えて100mlとする。~~

~~スルファミン酸アンモニウム—アミド硫酸アンモニウムを見よ。~~

~~青色リトマス紙—リトマス紙、青色を見よ。~~

~~精製塩酸—塩酸、精製を見よ。~~

精製水 日本薬局方精製水を用いる。

生理食塩水 日本薬局方生理食塩液を用いる。

~~ゼオライト, ガスクロマトグラフィー用~~ ガスクロマトグラフィー用ゼオライト →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

石英砂 SiO₂ [14808-60-7]

本品は、白色の粒状である。

確認試験 (1) すりつぶして粉末とした本品0.5gを白金皿にとり、フッ化水素酸20mLを加え、水浴上で蒸発乾固すると、本品はほとんど揮散する。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mLを加えて加熱し、この液の一部に七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(11→100)1mL及び塩酸(2→3)4mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 粒度 600μm 通過分 50%以下, 600~850μm 50%以上, 850μm 残留分 10%以下
目開き 850μm のふるいが上段になるように、ふるいを受け皿の上に重ねる。最上段のふるいに本品10gを装入し、ふたをする。ふるい分け装置に装着後、10分間振動し、ふるい分けを行う。ふるい分け終了後、ふるいをふるい装置から引き出し、各ふるいの上及び下の質量を量る。

強熱残分 2.0%以下

本品1gを白金製のるつぼに量り、硫酸0.2mLを加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム 臭化カリウム、赤外吸収スペクトル測定用を見よ。

~~赤色リトマス紙—リトマス紙、赤色を見よ。~~

石油エーテル [K8593, 特級] [8032-32-4]

~~石油エーテル, ビタミンA測定用—石油エーテルを蒸留した40.0~60.0°Cの留分である。~~

石油ベンジン [K8594, 特級] [8030-30-6]

赤リン P ~~[赤りん, K8595-1961]~~ [7723-14-0]

本品は、暗赤色の粉末で、~~においはない。~~ く、水に溶けない。

含量 98.0%以上

純度試験 ~~遊離リン酸—H₃PO₄として0.5%以下~~

~~本品約5gを精密に量り、20%塩化ナトリウム溶液10mlを加えてよくかき混ぜる。更に20%塩化ナトリウム溶液50mlを加え、1時間放置後ろ過し、ろ紙上の残留物を20%塩化ナトリウム溶液10mlずつで3回洗う。洗液とろ液を合わせ、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬—チモールブルー試液)。~~

~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml=4.900g H₃PO₄~~

~~定量法 本品約0.5gを精密に量り、臭素を飽和した硝酸30mlを加えて1時間放置する。その後、臭素の色がなくなるまで水浴上で加熱し、冷後塩素酸カリウム1gと塩酸10mlを加えて10分間放置する。水浴上で徐々に加熱して約5mlになるまで濃縮し、水200mlを加えて少し加温後冷却する。ろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせる。これに水を加えて正確に500mlとする。その25mlを正確に量り、クエン酸0.5gを加え、アンモニア水で中和し(指示薬 ~~ブロモチモールブルー~~試液)、これにマグネシア試液10mlをかき混ぜながら徐々に加える。これに、アンモニア水(1→10)を滴下して沈殿を完全に生成させる。これに、アンモニア水を全容量の約1/10量加え、かき混ぜた後3時間放置する。ろ過し、沈殿をアンモニア水(1→10)で洗った後、強熱し、冷後、その質量を精密に量る。(1) 遊離リン酸 本品5.0gを量り、塩化ナトリウム溶液(1→5)10mLを加え、かき混ぜた後、塩化ナトリウム溶液(1→2)50mLを加え、室温で1時間放置した後、ろ過する。塩化ナトリウム溶液(1→5)10mLずつで3回洗浄を行い、ろ液と洗液を合わせた液に指示薬としてチモールブルー試液を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。~~

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=4.900mgH₃PO₄

(2) 黄リン 本品10.0gを量り、ベンゼン50mLを加え、還流冷却器をつけて水浴上3時間加熱し、冷後、ろ過する。ベンゼン10mLずつで3回洗浄を行い、ろ液と洗液を合わせて分液漏斗に入れ、臭素0.5mLを加えて振り混ぜる。更に、水20mLを加え、振り混ぜた後、放置し、下層(水層)を分取する。上層(ベンゼン層)を水20mLずつで3回洗浄を行い、先の分取した水層と洗液を合わせたものに臭素飽和硝酸10mLを加え、水浴上で約10mLになるまで蒸発し、水20mL及びアンモニア水10mLを加え、硝酸で中和し、更に硝酸1mLを加えて約60℃に加温し、約60℃に加温したセモリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(11→100)15mLをかき混ぜながら加え、水浴上で約60℃で1時間加温し、ろ過する。沈殿及びろ紙を、硝酸アンモニウム溶液(1→10)でよく洗浄し、200mLの三角フラスコに移す。水50mLを加え、ろ紙を十分に破壊し、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を少し過剰に加えて沈殿を溶解し、0.1mol/L硝酸で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液)。別に空試験を行い補正し、黄リンの含量(C)を求める。

0.1mol/L硝酸=0.13467mgP(黄リン)

(3) ピロリン酸マグネシウム(総リン) 本品約0.5gを精密に量り、局所廃棄装置の下又はドラフト内で、臭素飽和硝酸30mLを加えて1時間放置し、臭素の赤色がなくなるまで水浴上で加熱し、冷却後、塩素酸カリウム1g及び塩酸30mLを加えて10分間放置する。その液を、水浴上で約5mLになるまで徐々に加熱蒸発した後、水200mLを加えて10分間加熱し、冷後ろ過する。沈殿及びろ紙を水で洗浄し、ろ液と洗液を合わせて、メスフラスコに入れ500mLにする。その25mLを正確に量り、クエン酸一水和物0.5gを加え、指示薬としてブロモチモールブルー試液3滴を加え、アンモニア水(28)(2→5)で中和する。更に、マグネシア試液(赤リン定量用)10mLをかき混ぜながら徐々に加え、アンモニア水(28)(1→10)を1滴ずつ滴加し沈殿を完全に生成させた後、アンモニア水(28)(2→5)を全容量の約1/5量を加え、3時間放置後、ろ過する。塩素イオンの反応を認めなくなるまで、沈殿をアンモニア水(28)(1→10)でよく洗浄する。あらかじめ105℃で加熱して恒量とした磁製のろつばに、沈殿の入ったろ紙を入れ、105℃で乾燥し、徐々に加熱して灰化し、強熱する。デシケーター中で放冷後、質量を精密に量り、ピロリン酸マグネシウム(総リン)の含量を求める。

(4) 赤リン 次式により、赤リンの含量を求める。なお、ピロリン酸マグネシウム ($Mg_2P_2O_7$) からリンへの換算係数は、0.2783 であり、遊離リン酸 (H_3PO_4) からリンへの換算係数は、0.3161 である。

$$\text{赤リンの含量 (\%)} = (A \times 0.2783) - (B \times 0.3161 + C)$$

ただし、A : ピロリン酸マグネシウムの含量 (%)

B : 遊離リン酸の含量 (%)

C : 黄リンの含量 (%)

$$\text{赤リン (P) の含量 (\%)} = ((\text{沈殿 } (Mg_2P_2O_7) \text{ の質量 (g)} \times 0.2783 \times 20) / \text{試料の採取量 (g)}) \times 100 - \text{遊離リン酸量 (\%)} \times 0.3161 - \text{黄リン量 (\%)}$$

ゼラチン [9000-70-8]

~~日本薬局方ゼラチンを用いる。~~

本品は、淡黄～黄褐色の結晶、結晶性の粉末又は塊である。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0 g を量り、水 40 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした液は微濁である。

(2) 重金属 Pb として 50 µg/g 以下

本品 0.5 g を磁製のるつぼに入れて、徐々に加熱、炭化後、放冷する。硝酸 2 mL 及び 硫酸 0.5 mL を加えて、注意しながら白煙が生じなくなるまで加熱し、強熱灰化後、放冷する。これに 塩酸 3 滴 及び 水 10 mL を加えて 2 分間水浴中加熱し、水で 30 mL とする。必要があればろ過する。フェノールフタレイン試液 1 滴 を加え、アンモニア水を淡赤色になるまで加え、酢酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 2 mL 及び 硫化ナトリウム試液 1 滴 を加えて 5 分間放置したもの を検液とする。硝酸 2 mL を磁製のるつぼに入れ、硫酸 0.5 mL を加えて 加熱蒸発、放冷する。塩酸 3 滴 及び 水 10 mL を加え、鉛標準液 2.5 mL を加えた後、水で 30 mL とする。フェノールフタレイン試液 1 滴 及び アンモニア水を淡赤色になるまで加え、酢酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 2 mL 及び 硫化ナトリウム試液 1 滴 を加えて 5 分間放置したもの を比較液とする。このとき検液の色は、比較液の色より暗くない。

(3) ヒ素 As として 1 µg/g 以下

本品 15 g に 塩酸 (1 → 5) 60 mL を加えて 加熱溶解し、臭素試液 15 mL を加えて 加熱し、過剰の臭素を除く。アンモニア試液を中和するまで加え、リン酸水素二ナトリウム・12 水 1.5 g を加えて 放冷する。マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する。沈殿をろ取し、沈殿をアンモニア水 (1 → 4) 10 mL ずつで 5 回洗う。洗った沈殿に塩酸 (1 → 4) 3 mL を加えて 振り混ぜ、水で 50 mL とする。この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。ただし、標準色は次により調製する。ヒ素標準液 30 mL に 塩酸 (1 → 5) 60 mL 及び 臭素試液 15 mL を加えて 加熱して過剰の臭素を除き、アンモニア水 (2 → 5) を中和するまで加え、リン酸水素二ナトリウム・12 水 1.5 g を加えて 放冷する。マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置し、沈殿をろ取し、沈殿をアンモニア水 (1 → 4) 10 mL ずつで 5 回洗う。塩酸 (1 → 4) 3 mL を加えて 振り混ぜ、水で 50 mL とし、以下検液と同様に操作する。

乾燥減量 15.0%以下

110°C で 3 時間乾燥した 石英砂 10 g の質量を精密に量り、本品 1 g を加えて質量を精密に量る。これに水 20 mL を加えて、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、時々振り混ぜながら水浴上蒸発乾固し、110°C で 3 時間乾燥する。

ゼラチン試液 ゼラチン 1 g を量り、水 50 mL に静かに加熱しながら溶かし、必要があればろ過す

る。用時調製する。

~~ゼラチン製ペプトン~~ ペプトン, ~~ゼラチン製を見よ。~~

~~セレン~~ Se [K 8598]

D-(+)-セロビオース $C_{12}H_{22}O_{11}$ 4-O-β-D-グルコピラノシル-D-グルコース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

全多孔性陰イオン交換体 → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ソーダ石灰 [K8603, 二酸化炭素吸収用及び元素分析用] [8006-28-8]

ソモギー試液 (I) 硫酸銅 (II) 五水和物 4.0 g, 炭酸ナトリウム 24 g, 炭酸水素ナトリウム 16 g, 硫酸ナトリウム 180 g 及び (+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 12 g を量り, 水を加えて溶かし, 900mL とする。この液を 10 分間沸騰させた後, 水を加えて 1000mL とし, 密栓して 1 週間放置した後, ガラスろ過器でろ過し, 遮光して保存する。

ソモギー試液 (II) 炭酸ナトリウム 25 g 及び (+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 25 g を量り, 水 150mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 40mL, 硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→10) 60mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→5) 25mL を加えて混和し, 更に, 硫酸ナトリウム溶液 (9→25) 500mL, ヨウ素酸カリウム試液 (0.05 mol/L) 50mL 及び水を加えて 1000mL とする。調製後 2 日間室温に放置し, ろ紙でろ過して使用する。

ソモギー試液 (III) 硫酸銅 (II) 五水和物 4.0 g, 炭酸ナトリウム 24 g, 炭酸水素ナトリウム 16 g, 硫酸ナトリウム 18 g 及び (+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 12 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。この液を 10 分間煮沸し, 遮光密栓して 1 週間放置した後, ろ紙 (No. 2) を 2 枚重ねて 2 回ろ過する。遮光密栓して保存する。

ソモギー銅試液 リン酸水素二ナトリウム・12 水 71 g 及び (+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40 g を量り, 水 650mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 100mL を加える。硫酸銅 (II) 溶液 (1→10) 80mL をかき混ぜながら加えて加温した後, 硫酸ナトリウム 180 g を加えて溶かし, 水を加えて 1000mL とする。室温で 2 日間放置した後, ろ紙 (No. 2) でろ過し, 遮光密栓して保存する。

D-ソルビトール $C_6H_{14}O_6$ [50-70-4] 「D-ソルビトール」

D-ソルビトール, 定量用 ~~$C_6H_{14}O_6$~~ 「D-ソルビトール」 80 g を量り, 500 ~~mL~~ mL のフラスコに入れ, 90%メタノール 220 ~~mL~~ mL を加え, 還流冷却器を付け, 水浴で加温して溶かし, 冷後, 500 ~~mL~~ mL のビーカーに移し, 種晶として「D-ソルビトール」40mg を加え, 混和し, 72 時間静置する。析出した結晶を吸引ろ過し, メタノール 50 ~~mL~~ mL で洗う。次に得られた再結晶品 40 g を量り, 90%メタノール 110 ~~mL~~ mL を加え, 以下先の操作を繰り返す, 再々結晶品を得る。ただし, 種晶には 80°C で 5 時間減圧乾燥した再結晶品を用いる。得られた再々結晶品を 80°C で 5 時間減圧乾燥する。

~~ダイズ製ペプトン~~ ペプトン, ~~ダイズ製を見よ。~~

脱脂粉乳 生乳, 牛乳などの乳脂肪分を除去したものからほとんどすべての水分を除去し, 粉末状にしたもの。

~~タンダステン酸ナトリウム~~ ~~タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物 タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物 $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ [タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物, K8612, 特級] [10213-10-2] 【タンダステン酸ナトリウム, タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物】

炭酸アンモニウム $(NH_4)_2CO_3$ [K8613, 特級] [506-87-6]

炭酸アンモニウム試液 炭酸アンモニウム 20 g を量り、アンモニア試液 20 ~~ml~~ mL 及び水を加えて溶かし、100 ~~ml~~ mL とする。

~~炭酸カリウム、無水炭酸カリウム~~ K_2CO_3 [~~炭酸カリウム、~~K8615, 特級] [584-08-7] 【無水炭酸カリウム】

炭酸カルシウム $CaCO_3$ [K8617, 特級] [471-34-1]

炭酸水素ナトリウム $NaHCO_3$ [K8622, 特級] [144-55-8]

炭酸水素ナトリウム, pH 測定用 $NaHCO_3$ [~~pH 標準液用、~~K8622, pH 標準液用] [144-55-8]

~~炭酸ナトリウム—炭酸ナトリウム 10 水和物を見よ。~~

炭酸ナトリウム試液 → 「炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

~~炭酸ナトリウム 10 水和物炭酸ナトリウム十水和物~~ → 「炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液」の前に移動

☆炭酸ナトリウム Na_2CO_3 [~~炭酸ナトリウム、~~K8625, 特級] [497-19-8] 【無水炭酸ナトリウム, 炭酸ナトリウム, 無水】

炭酸ナトリウム, pH 測定用 Na_2CO_3 [~~pH 標準液用、~~K8625, pH 標準液用] [497-19-8]

炭酸ナトリウム (標準試薬標準物質) Na_2CO_3 [容量分析用標準物質, K8005] [497-19-8] 【炭酸ナトリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

~~炭酸ナトリウム、無水炭酸ナトリウム~~ → 「炭酸ナトリウム, pH 測定用」の前に移動

☆炭酸ナトリウム十水和物 $Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$ [~~炭酸ナトリウム十水和物、~~K8624, 特級] [6132-02-1] 【炭酸ナトリウム, 炭酸ナトリウム 10 水和物】

炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 炭酸ナトリウム 50 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 37.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

☆炭酸ナトリウム試液 ~~無水炭酸ナトリウム~~炭酸ナトリウム 10.6 g を量り, 水を加えて溶かして 100 ~~ml~~ mL とする。

炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 炭酸ナトリウム 106 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

炭酸ナトリウム試液 (0.55 mol/L) 炭酸ナトリウム 58.3 g を量り, 水を加えて溶かし 1000 mL とする。

炭酸ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 炭酸ナトリウム 53 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

炭酸ナトリウム試液 (0.25 mol/L) 炭酸ナトリウム 26.5 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

炭酸ナトリウム試液 (0.2 mol/L) 炭酸ナトリウム 21.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

炭酸バリウム $BaCO_3$ [K1415] [513-77-9]

本品は, 白色の粉末である。

含量 99.0%以上

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品 1.0 g に塩酸 (1 → 10) を加えて溶かし 100 ~~ml~~ mL とし, 検液とする。本品 1.0 g にナトリウ

ム標準液 (0.1mg/1mL) 1mL, カリウム標準液 (0.1mg/1mL) 1mL, カルシウム標準液 (0.1mg/1mL) 1mL 及びストロンチウム標準液 (5.01.0mg/1mL) 1.5mL を加え, 次いで塩酸 (1→10) を加えて溶かし 100mL とし, 比較液とする。検液及び比較液につき, 次の操作条件で原子吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ
分析線波長 589.0nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

(2) カリウム 0.01%以下

(1)の検液及び比較液につき, 次の操作条件で原子吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ
分析線波長 766.5nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

(3) カルシウム 0.01%以下

(1)の検液及び比較液につき, 次の操作条件で原子吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ
分析線波長 422.7nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

(4) ストロンチウム 0.5%以下

(1)の検液及び比較液につき, 次の操作条件で原子吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ ストロンチウム中空陰極ランプ
分析線波長 460.7nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品 5g に 二酸化炭素を含まない水 (二酸化炭素除去) 50mL を加え 5 分間振り混ぜる。定量ろ紙 (5種C) を用いてろ過した後, ろ液を 0.05mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 1mL)。

0.05mol/L 塩酸 1mL = 4.284mgBa (OH)₂

定量法 本品約 1g を精密に量り, 水 50mL 及び 1mol/L 塩酸 40mL を加えて煮沸し冷却する。

この液を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 1 mL)。別に空試験を行い補正する。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 98.67 mg BaCO₃

炭酸プロピレン C₄H₆O₃ [108-32-7]

無色の液体である。

沸点 240~242°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

炭酸プロピレン、水分測定用 炭酸プロピレン 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置した後、澄明な炭酸プロピレンを分取する。湿気を避けて保存する。

水分 本品 1 mL 中の水分は 0.3 mg 以下とする。

炭酸マグネシウム

~~日本薬局方炭酸マグネシウムを用いる。~~

タンニン酸 **タンニン酸 *n*水和物** C₁₄H₁₀O₉ · *n*H₂O [~~K8629~~] [1401-55-4] **【タンニン酸】**

本品は、白~淡黄色の粉末、又はほとんど無色の光沢のある小葉片である。

確認試験 (1) 本品 2 g に水を加えて溶かして 10 mL とし、水浴中で加熱溶解する。この 5 mL に 10 w/v % 塩化鉄 (III)・塩酸試液 1 mL を加えると、青黒色になり、放置すると青黒色の沈殿が生じる。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき、波数 1710 cm⁻¹, 1610 cm⁻¹, 1540 cm⁻¹, 1180 cm⁻¹, 1080 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹, 870 cm⁻¹ 及び 760 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験 糖類及びデキストリン

本品 2 g を量り、水 10 mL 及びエタノール (95) 100 mL を加えて 1 時間放置したとき、液は澄明となる。また、これにジエチルエーテル 5 mL を加えると直ちに混濁しない。

乾燥減量 12.0% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)

強熱残分 1.0% 以下

本品 1 g を白金製のろつぼに量り、硫酸 0.2 mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

タンニン酸・酢酸試液 タンニン酸 *n*水和物 ~~0.010 g~~ 10 mg を量り、酢酸 80 mL を加えて振り混ぜて溶かし、リン酸 32 mL を加える。用時調製する。

タンニン酸試液 タンニン酸 *n*水和物 1.0 g をエタノール (95) 1 mL に溶かし、水を加えて 10 mL とする。用時調製する。

~~チアミン定量用臭化シアン試液 臭化シアン試液、チアミン定量用を見よ。~~

チオシアン酸アンモニウム NH₄SCN [K9000, 特級] [1762-95-4]

チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 **チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液** **【チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液】** チオシアン酸アンモニウム 17.4 g 及び ~~硝酸コバルト~~ **硝酸コバルト (II) 六水和物** 2.8 g を量り、合わせ、水を加えて溶かし、~~て~~ 100 mL とする。

チオシアン酸カリウム KSCN [K9001, 特級] [333-20-0]

2, 2'-チオジエタノール S (CH₂CH₂OH)₂ [111-48-8]

本品は、アミノ酸分析用に製造したものである。

性状 本品は、無~微黄色で、澄明の液体である。

比重 $d_{20}^{20}=1.178\sim 1.188$

水分 0.7%以下 (0.1g, 電量滴定法)

~~チオ硫酸ナトリウム—チオ硫酸ナトリウム5水和物を見よ。~~

~~チオ硫酸ナトリウム5水和物~~ チオ硫酸ナトリウム五水和物 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [~~チオ硫酸ナトリウム五水和物~~, K8637, 特級] [10102-17-7] 【チオ硫酸ナトリウム5水和物, チオ硫酸ナトリウム】

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.1mol/L) チオ硫酸ナトリウム五水和物 26g 及び炭酸ナトリウム 0.2g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし, 1000mL とする。

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.05mol/L) 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて2倍容量に薄める。

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.02mol/L) 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて5倍容量に薄める。

窒素 N_2 [7727-37-9]

日本薬局方窒素を用いる。

チモール $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$ [89-83-8]

日本薬局方チモールを用いる。

チモールフタレイン $\text{C}_{28}\text{H}_{30}\text{O}_4$ [K8642, 特級] [125-20-2]

チモールフタレイン試液 チモールフタレイン 0.1g を量り, エタノール (95) 100mL を加えて溶かし, 必要があればろ過する。

チモールブルー $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{S}$ [K8643, 特級] [76-61-9]

チモールブルー試液 チモールブルー 0.1g を量り, エタノール (95) 100mL を加えて溶かし, 必要があればろ過する。

チモール・硫酸試液 チモール 0.5g を量り, 硫酸 5mL を加えて溶かし, エタノール (95) を加えて 100mL とする。

~~中和エタノール—エタノール, 中和を見よ。~~

β -ツヤプリシン, 定量用 $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$ [499-44-5]

~~純度試験 (1)~~ 沸点 140~141°C (1.3kPa)

~~(2)~~ 融点 51~53°C

純度試験 (3) 類縁物質 本品 0.2g を量り, エタノール (95) を加えて溶かし 100mL とし, 検液とする。この液 1mL を正確に量り, エタノール (95) を加えて正確に 100mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5 μ L ずつ量り, 「ツヤプリシン (抽出物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

~~DEAB—セルロース陰イオン交換体 (—O—C₂H₄—N (C₂H₅)₂型), 弱塩基性弱塩基性DEAE—セルロース陰イオン交換体 (—O—C₂H₄—N (C₂H₅)₂型) → 「弱塩基性陰イオン交換樹脂」の前に移動~~

定量用L-アスコルビン酸2-グルコシド L-アスコルビン酸2-グルコシド, 定量用を見よ。

~~定量用N-アセチルグルコサミン—C₈H₁₅NO₆—N-アセチルグルコサミン, 定量用を見よ。~~

定量用アゾキシストロビン アゾキシストロビン, 定量用を見よ。

定量用アドバンテーム アドバンテーム, 定量用を見よ。

定量用L-アラビノース L-アラビノース, 定量用を見よ。
定量用myo-イノシトール myo-イノシトール, 定量用を見よ。
定量用イソチオシアン酸アリル イソチオシアン酸アリル, 定量用を見よ。
定量用(+)-カテキン (+)-カテキン, 定量用を見よ。
定量用D-ガラクトロン酸 D-ガラクトロン酸, 定量用を見よ。
定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニド グリチルレチン酸3-O-グルクロニド, 定量用を見よ。
定量用グルタミルバリルグリシン グルタミルバリルグリシン, 定量用を見よ。
定量用L-グルタミン酸 L-グルタミン酸, 定量用を見よ。
定量用コレステロール コレステロール, 定量用を見よ。
定量用サルササポゲニン サルササポゲニン, 定量用を見よ。
定量用 α -シクロデキストリン α -シクロデキストリン, 定量用を見よ。
定量用 β -シクロデキストリン β -シクロデキストリン, 定量用を見よ。
定量用 γ -シクロデキストリン γ -シクロデキストリン, 定量用を見よ。
定量用スチグマステロール スチグマステロール, 定量用を見よ。
定量用ステビオシド ステビオシド, 定量用を見よ。
定量用D-ソルビトール D-ソルビトール, 定量用を見よ。
定量用 β -ツヤプリシン β -ツヤプリシン, 定量用を見よ。
定量用d- α -トコフェロール d- α -トコフェロール, 定量用を見よ。
定量用d- β -トコフェロール d- β -トコフェロール, 定量用を見よ。
定量用d- γ -トコフェロール d- γ -トコフェロール, 定量用を見よ。
定量用d- δ -トコフェロール d- δ -トコフェロール, 定量用を見よ。
定量用ネオテーム ネオテーム, 定量用を見よ。
定量用ピリメタニル ピリメタニル, 定量用を見よ。
定量用フェルラ酸 フェルラ酸, 定量用を見よ
定量用部分加水分解サポニン 部分加水分解サポニン, 定量用を見よ。
定量用フルジオキシニル フルジオキシニル, 定量用を見よ。
定量用ベタイン ~~ベタイン1水和物~~ベタイン, 定量用を見よ。
定量用 ϵ -ポリリシン塩酸塩 ϵ -ポリリシン塩酸塩, 定量用を見よ。
~~定量用マルトール マルトール, 定量用を見よ。~~
定量用D-マンニトール D-マンニトール, 定量用を見よ。
定量用ミリシトリン ミリシトリン, 定量用を見よ。
定量用メナキノン-4 メナキノン-4, 定量用を見よ。
定量用モグロシドV モグロシドV, 定量用を見よ。
定量用モノグルコシルヘスペリジン モノグルコシルヘスペリジン, 定量用を見よ。
定量用ヨウ化イソプロピル ヨウ化イソプロピル, 定量用を見よ。
~~定量用ヨウ化メチル~~定量用ヨードメタン ~~ヨウ化メチル, 定量用~~ヨードメタン, 定量用を見よ。
定量用ラクトフェリン ラクトフェリン, 定量用を見よ。
定量用L-ラムノース L-ラムノース, 定量用を見よ。
定量用D-リボース D-リボース, 定量用を見よ。

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

定量用レバウジオシドA レバウジオシドA，定量用を見よ。

☆デオキシコール酸ナトリウム $C_{24}H_{39}NaO_4$ [302-95-4] 【デオキシコール酸ナトリウム】

本品は，白色の結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 $3\cancel{=}400\text{cm}^{-1}$ ， $2\cancel{=}940\text{cm}^{-1}$ ， $1\cancel{=}562\text{cm}^{-1}$ 及び $1\cancel{=}408\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10~~mL~~に溶かし，試料溶液とする。この液 1 ~~mL~~を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100~~mL~~とし，標準溶液比較液とする。これらの液につき，薄層クロマトグラフィーを行う。試料溶液及び標準溶液比較液 10~~μL~~ずつを薄層クロマトグラフィー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 1-ブタノール/メタノール/酢酸混液 (80 : 40 : 1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し，105°C で 10 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液比較液から得たスポットより濃くない。

デオキシコール酸ナトリウム試液 (3.3mmol/L) デオキシコール酸ナトリウム 1.38 g を量り，水を加えて溶かし 1000mL とする。

デオキシコール酸ナトリウム試液 (0.016mol/L) デオキシコール酸ナトリウム 6.7 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

~~鉄試験用アスコルビン酸 アスコルビン酸，鉄試験用を見よ。~~

デカン $CH_3(CH_2)_8CH_3$ [124-18-5]

本品は，無色透明な液体である。

含量 99.5%以上

本品 1 μL を量り，次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からデカンの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm，長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に，ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50°C で注入し，毎分 10°C で 150°C まで昇温する。

検出器温度 250°C

注入口温度 200°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 3.4mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

測定時間 10 分

デキストラン (分子量 70000) $(C_6H_{10}O_5)_n$

本品は *Leuconostoc spp.* より得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

デキストラン (分子量 2000000) $(C_6H_{10}O_5)_n$

本品は *Leuconostoc spp.* より得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~デキストリン デキストリン水和物を見よ。~~

デキストリン水和物 $(C_6H_{10}O_5)_n \cdot nH_2O$ [K8646, 特級] [9004-53-9] 【デキストリン】
デキストリン試液 デキストリン水和物 5.0 g を量り、トリス緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 塩化カルシウム含有) を加えて溶かし、200mL とする。

~~デオキシコール酸ナトリウム~~ ~~デオキシコール酸ナトリウム~~ → 「デオキシコール酸ナトリウム試液 (3.3mmol/L)」の前に移動

鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5) 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5), 鉄試験用を見よ。

鉄片 Fe 片状のものを用いる。Fe97.7%以上。磁石により吸引される。

~~テトラサイクリン $C_{22}H_{24}N_2O_8$~~

~~日本薬局方テトラサイクリン塩酸塩を用いる。ただし、本品の量 (力価) は、テトラサイクリン塩酸塩 ($C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$) としての量 (力価) で示す。~~

テトラヒドロフラン C_4H_8O [K9705, 特級] [109-99-9]

テトラヒドロフラン (BHT含有) [K9705, 特級] [109-99-9]

ジブチルヒドロキソトルエン (BHT) を 0.025% 含有するものを用いる。

テトラヒドロホウ酸ナトリウム $NaBH_4$ (原子吸光分析用) [16940-66-2]

テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用 $NaBH_4$ [16940-66-2]

本品は、アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は、白色の結晶性粉末である。

テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液 テトラヒドロホウ酸ナトリウム 5 g ~~に~~を量り、~~0.1mol/L 水酸化ナトリウム~~水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 500~~mL~~mL を加えて溶かす。

テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物 $[CH_3(CH_2)_3]_4NBr$ [1643-19-2]

本品は白色の結晶又は粉末である。

含量 98.0%以上

融点 102~106°C

純度試験 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)

強熱残分 0.1%以下

白金製のるつぼを $500 \pm 50^\circ C$ で 30 分間以上強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

試料 1 g を先のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、ホットプレート上で徐々に温度を上げて試料を揮散又は分解させる。るつぼを熱板から下ろして室温まで放冷後、硫酸約 0.2mL を添加し、再び穏やかに加熱し、白煙が出なくなるまで加熱を続ける。るつぼを電気炉内に入れ、 $500 \pm 50^\circ C$ で 1 時間強熱する。電気炉から取り出したるつぼを速やかにデシケーターに移し、放冷後、デシケーターから取り出し、その質量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合していない場合は、更に上記と同様の硫酸による湿潤、加熱及び強熱操作を繰り返し、前後の秤量差が 0.3mg 以下になるか、又は規格値以下になったときに試験を終了する。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 50mL に溶かし、硝酸 (1→3) 5mL を加え、強く振り混ぜながら 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 32.24mg $C_{16}H_{36}NBr$

~~テトラベース・クエン酸試液 4, 4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン 0.25 g 及びクエン酸 1 g を量り、合わせ、水 500mL を加えて溶かす。~~

~~4, 4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン~~ $C_{14}H_{22}N_2$

~~本品は、白～帯青白色の光輝ある葉状結晶で、水に溶けにくく、ジエチルエーテル、エタノール及びベンゼンに溶ける。~~

~~融点 90～91℃~~

デバルダ合金 [K8653, 窒素分析用] [8049-11-4]

デンプン [でんぷん, K8658, 特級] [9005-84-9]

デンプン (溶性) [でんぷん (溶性), K8659, 特級及び1級] [9005-84-9]

デンプン試液 デンプン (溶性) 1 gを量り、冷水 10mLを加えてよくすり混ぜ、これを熱湯 200mL中にかき混ぜながら徐々に加え、液が半透明となるまで煮沸し、放冷し、静置した後、上澄液を用いる。用時調製する。

銅試液 (キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用) リン酸水素二ナトリウム・12水 71 g 及び (+) 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40 gを量り、水 650mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 100mLを加え、静かにかき混ぜながら硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→10) 80mLを徐々に加え、硫酸ナトリウム 180 gを加えて溶かした後、ヨウ素酸カリウム溶液 (9→250) 25mLを加え、水を加え 1000mLとする。25～35℃で 2日間放置した後、沈殿物をろ過して除き、25～35℃で保存する。

銅試液 (マルトトリオヒドロラーゼ活性試験用)

第1液 : 炭酸ナトリウム 25 g, (+) 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 25 g, 炭酸水素ナトリウム 20 g 及び 硫酸ナトリウム 200 gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

第2液 : 硫酸銅 (II) 五水和物 30 gを量り、水 150mLに加え溶かした後、硫酸 4滴を加え、更に水を加えて 200mLとする。

使用時に第1液 25容量と第2液 1容量とを混和する。

同定用レバウジオシドC レバウジオシドC, 同定用を見よ。

同定用レバウジオシドD レバウジオシドD, 同定用を見よ。

同定用レバウジオシドF レバウジオシドF, 同定用を見よ。

~~銅片~~ Cu [~~銅~~, K8660] 片状のものを用いる。

~~Cu-PAN~~ 1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール (遊離酸) 1 g 及び エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4水和物 11.1 gを混合して調製する。灰だいたい黄色、灰赤褐色又は淡灰紫色の粉末である。

~~吸光度~~ 本品 0.50 gをとり、ジオキサシン (1→2)に溶かし、正確に 50mLとする。この液 1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mLとする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 470nmにおける吸光度は 0.48以上である。

~~純度試験~~ 溶状 本品 0.5 gをジオキサシン (1→2) 50mLに溶かすとき、液は黄褐色、澄明である。

~~Cu-PAN試液~~ Cu-PAN 1 gをジオキサシン (1→2) 100mLに溶かす。

d- α -トコフェロール, 定量用 $C_{29}H_{50}O_2$ [59-02-9]

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mgを精密に量り、無水エタノール エタノール (99.5)を加えて溶かして正確に 10mLとする。この液 1 mLを正確にとり量り、更に無水エタノール エタノール (99.5)を加えて正確に 10mLとした液の吸光度を測定するとき、波長 292nm付近に極大吸収部がある。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (292nm 付近の極大吸収部) = 67~82

本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かして正確に 10 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確にとり量り、更に~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。この液 1.5 ~~mL~~ mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20 ~~µL~~ µL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム充てん ~~てん~~ 充填剤 5~10µm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ヘキサン / 2-プロパノール混液 (200 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約 5 分になるように調整する。

d-β-トコフェロール, 定量用 $C_{28}H_{48}O_2$ [16698-35-4]

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かし正確に 10 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確にとり量り、更に~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とした液の吸光度を測定するとき、波長 296nm 付近に極大吸収部がある。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (296nm 付近の極大吸収部) = 77~95

本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かして正確に 10 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確にとり量り、更に~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。この液 1.5 ~~mL~~ mL を正確に量りヘキサンを加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20 ~~µL~~ µL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム充てん ~~てん~~ 充填剤 5~10µm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ヘキサン / 2-プロパノール混液 (200 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約 10 分になるように調整する。

d-γ-トコフェロール, 定量用 $C_{28}H_{48}O_2$ [7616-22-0]

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かして正確に

10~~mL~~とする。この液 1 ~~mL~~ を正確にとり量り、更に無水エタノール(99.5)を加えて正確に 10~~mL~~とした液の吸光度を測定するとき、波長 297nm 付近に極大吸収部がある。
比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (297nm 付近の極大吸収部) = 83~103

本品約 5 mg を精密に量り、無水エタノール(99.5)を加えて溶かし正確に 10~~mL~~とする。この液 1 ~~mL~~ を正確にとり量り、更に無水エタノール(99.5)を加えて正確に 10~~mL~~とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~50mg を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に 100~~mL~~とし、検液とする。この液 1.5~~mL~~を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~とし、比較液とする。検液及び比較液 20~~μL~~につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム充てん剤 5~10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ヘキサン/2-プロパノール混液 (200:1)

流量 主ピークの保持時間が約 11 分になるように調整する。

d- δ -トコフェロール, 定量用 $\text{C}_{27}\text{H}_{46}\text{O}_2$ [119-13-1]

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り、無水エタノール(99.5)を加えて溶かして正確に 10~~mL~~とする。この液 1 ~~mL~~ を正確にとり量り、更に無水エタノール(99.5)を加えて正確に 10~~mL~~とした液の吸光度を測定するとき、波長 298nm 付近に極大吸収部がある。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (298nm 付近の極大吸収部) = 83~101

本品約 5 mg を精密に量り、無水エタノール(99.5)を加えて溶かして正確に 10~~mL~~とする。この液 1 ~~mL~~ を正確にとり量り、更に無水エタノール(99.5)を加えて正確に 10~~mL~~とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~50mg を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に 100~~mL~~とし、検液とする。この液 1.5~~mL~~を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~とし、比較液とする。検液及び比較液 20~~μL~~につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム充てん剤 5~10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ヘキサン/2-プロパノール混液 (200:1)

流量 主ピークの保持時間が約 20 分になるように調整する。

ドデシルベンゼン $\text{C}_{18}\text{H}_{30}$ [123-01-3]

本品は、無色の液体である。

比重 d_4^{20} 0.855~0.859

n-ドデシルベンゼンスルホン酸 $C_{18}H_{30}O_3S$ [27176-87-0]

本品は、白色の粉末又は塊である。

確認試験 (1) 本品 1 g を強熱し、その残分に水 20mL を加えて溶解したものを A 液とする。A 液 10mL に塩酸 (2→3) 1 mL 及び塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 1 mL を加えると、白い沈殿が生じる。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 2920cm^{-1} , 1180cm^{-1} , 1130cm^{-1} , 1040cm^{-1} 及び 1010cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) ドデシルベンゼン $C_{12}H_{25}C_6H_5$ として 0.1% 以下

本品 0.5 g に水を 10mL 加え、エタノール (99.5) 10mL 及びヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) 5 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜ、5 分間放置後、ヘキサン層をとり、B 液とする。ドデシルベンゼン 0.1 g を量り、ヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) で 100mL とし、C 液とする。B 液及び C 液それぞれ 5 μL につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、B 液のドデシルベンゼンのピークの高さは、C 液のドデシルベンゼンのピークの高さの 1/10 以下である。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して 0.5% リン酸及び 10% ジエチレングリコールサクシネート

担体 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 150 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス ヘリウム

流量 45mL/分

(2) 本品 20mg を水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (50 : 50) 100mL を加えて溶かし、検液とする。検液 20 μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、4 つの主ピークを認める。溶媒ピークを除く最大不純物ピークの面積は、4 つの主ピークのうちの最小ピークの面積の 10% 以下である。なお、溶離液について空試験を行って結果を補正する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 222nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 25 $^{\circ}\text{C}$

移動相 水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (50 : 50) 500mL に臭化テトラメチルアンモニウム 1 g を加える。

流量 1.0mL/分

ドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) $C_{12}H_{25}NaO_4S$

酵素活性試験法に適するものを用いる。

ドデシル硫酸ナトリウム・ウシ血清アルブミン試液 ドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) 1 g とウシ血清アルブミン (酵素用) 1 g を、かくはんしながら水に溶かし、1000mL とする。この間、泡立たないように注意する。用時調製する。

ドラーゲンドルフ試液

第1液：塩基性硝酸ビスマス 0.85 g を量り、酢酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かす。

第2液：ヨウ化カリウム 8 g を量り、水 20 mL を加えて溶かす。

用時、第1液 5 mL、第2液 5 mL、酢酸 20 mL 及び水 100 mL を混和する。

~~トリエタノールアミン 2, 2', 2'' - ニトリロトリエタノールを見よ。~~

トリエチルアミン (C₂H₅)₃N [121-44-8]

無色透明の液で、強いアミン臭がある。メタノール、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

比重 d_4^{25} = 0.722 ~ 0.730

沸点 89 ~ 90°C

トリクロロ酢酸 CCl₃COOH [K8667, 特級] [76-03-9]

トリクロロ酢酸試液 無水酢酸ナトリウム・酢酸ナトリウム 18 g, 1 mol/L トリクロロ酢酸溶液 110 mL 及び酢酸 19 mL を量り、約 600 mL の水に溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH4.0 に調整した後、1,000 mL とする。

トリクロロ酢酸試液 (プロテアーゼ活性試験用) トリクロロ酢酸 18.0 g 及び酢酸ナトリウム 18.0 g を量り、酢酸試液 (6 mol/L) 55 mL 及び水を加えて溶かし、1000 mL とする。

トリクロロ酢酸・ドデシル硫酸ナトリウム試液 トリクロロ酢酸 100 g 及びドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) 100 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

トリクロロ酢酸・硫酸試液

第1液：トリクロロ酢酸 163 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

第2液：硫酸 49.0 g を量り、水約 700 mL に徐々に加え混和し、水を加えて 1000 mL とする。

第1液 400 mL と第2液 250 mL を混和し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 121 g を量り、水 600 mL を加えて溶かし、塩酸試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1 mol/L, pH8.0, エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム含有) エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム四水和物 22.6 g を量り、pH8.0 のトリス緩衝液 (1 mol/L) に溶かし、1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.2 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 24.2 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液 (4 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1/7 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 17.3 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 12.1 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1mol/L, pH7.8, 塩化カルシウム含有) 塩化カルシウム二水和物溶液 (1→80) 4 mL 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール溶液 (97→2000) 200 mL 及び水 600 mL を混合し、塩酸試液 (1 mol/L) で pH7.8 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1mol/L, pH8.0, 塩化カルシウム含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 12.1 g 及び塩化カルシウム二水和物 1.47 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液 (1 mol/L) で pH8.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.05mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.1 g を量り、水 600 mL を加えて溶かし、10%塩酸試液で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.05mol/L, pH7.5, 塩化カルシウム・ポリエチレングリコール含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.1 g, 塩化カルシウム二水和物 0.11 g 及びポリエチレングリコール 8000 10 g を量り、水 800 mL を加えて溶かし、塩酸試液 (0.5mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) で pH7.5 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 塩化カルシウム含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.61 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.56 g を量り、水 800 mL を加えて溶かし、塩酸試液 (0.1mol/L) で pH7.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (pH7.0), ペクチン測定用 ~~2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール~~ 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.055 g 及び ~~塩化カルシウム二水和物~~ 塩化カルシウム二水和物 0.147 g を量り、水約 750 ~~mL~~ mL に溶かし、1 mol/L 塩酸 ~~を加えて~~ で pH7.0 に調整した後、水を加えて ~~1L~~ 1000 mL とする。

~~EDTA・トリス試液~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 → 「エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅」の前に移動

~~トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタン~~ ~~2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール~~ を見よ。

トリス・マレイン酸緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 1.21 g 及びマレイン酸 1.16 g を量り、水を加えて溶かし 100 mL とする。この液 25 mL を量り、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 100 mL とする。

トリス・リン酸緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 36.3 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 50.0 g を量り、水 900 mL を加えて溶かし、塩酸試液 (2 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 100 mL とする。

~~2, 4, 6-トリニトロフェノール~~ (NO_2)₃C₆H₂OH [K8759:1984] 本品は、淡黄色の結晶で、においはない。徐々に熱すると昇華し、急激に熱すると爆発的に燃える。
融点 121~123°C

~~トリフェニルクロロメタン~~ トリフェニルクロロメタン (C₆H₅)₃CCl [76-83-5] ~~〔トリフェニルクロロメタン, K8674:1978〕~~

本品は、白～帯灰白色若しくは類黄色の結晶又は結晶性の粉末である。酢酸に溶け、水に分解して溶ける。

~~確認試験~~ (1) ~~本品の飽和酢酸溶液 5ml に水 1ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品の飽和酢酸溶液 5ml に塩酸 1ml を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。~~

~~融点 105～113℃~~

含量 98.0%以上

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、エタノール (95) 40mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10mL を入れ、時計皿でふたをして水浴上で 3 時間加熱し、冷後、硝酸 (1→3) で中和した液に硝酸 (1→3) 3 mL を加え、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は銀指示電極を、参照電極は銀参照電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 27.878mg (C₆H₅)₃CCl

トリフェニルホスフィンオキシド C₁₈H₁₅O P [791-28-6]

本品は、極わずか褐色みを帯びた白色の粉末である。

融点 156～158℃

純度試験 ~~(1) 融点 156～158℃~~

~~(2) (1) 溶状 淡褐色，澄明 (1 g，アセトン 10 mL)~~

~~(3) (2) 類縁物質~~ 本品をデシケーター中で減圧下 24 時間乾燥し、その ~~0.01g~~ 10mg をメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液 (67 : 33) を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。検液 2 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液 (67 : 33) を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20 μL につき、「スクラロース」の純度試験のトリフェニルホスフィンオキシドの操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

トリブチリン (C₃H₇COO)₃C₃H₅ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~トリプトン~~

~~微生物試験用に製造したもの。~~

トリフルオロ酢酸 CF₃COOH [76-05-1]

本品は、無色透明の液体で、水に極めて溶けやすく、刺激性のにおいがある。

含量 本品は、トリフルオロ酢酸 (CF₃COOH) 99.0% 以上を含む。

確認試験 (1) 本品は、酸性である。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波長波数 3,180cm⁻¹、1,785cm⁻¹、1,458cm⁻¹、1,170cm⁻¹、811cm⁻¹ 及び 687cm⁻¹ 付近に吸収帯を認める。

純度試験 不揮発物 0.02% 以下

本品 10.0 g を量り、蒸発した後、100℃ で 2 時間乾燥後、デシケーター中で約 30 分間放冷した後、その残留物の質量を量る。

定量法 本品約 3 g を精密に量り、水 30 mL を加えて 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 114.0mg CF₃COOH

トリメチル化シリカゲル イオン交換系吸着剤用に製造されたもの。

トリメチルクロロシラン (CH₃)₃SiCl ~~[クロロトリメチルシラン, K9555:1992]~~ [75-77-4]

本品は、無～ほとんど無色の液体で、湿った空気中で発煙する。ジエチルエーテルに極めて溶けやすく、刺激臭があり、水及びエタノールと反応する。

~~確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、2,970 cm^{-1} 、1,410 cm^{-1} 、1,260 cm^{-1} 、850 cm^{-1} 、760 cm^{-1} 及び700 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~純度試験 本品1 μl につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、98.0%以上である。~~

~~操作条件~~

~~検出器 熱伝導度検出器~~

~~カラム 充填剤~~

~~液相 担体に対して15~20%の25%フェニルメチルシリコンポリマー~~

~~担体 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

~~カラム管 内径2~4mm、長さ2~3mのガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 70~80 $^{\circ}\text{C}$ の一定温度~~

~~試料気化室 80~100 $^{\circ}\text{C}$ の一定温度~~

~~検出器温度 80~100 $^{\circ}\text{C}$ の一定温度~~

~~キャリアガス ヘリウム~~

~~流量 30~40 $\text{ml}/\text{分}$ の一定量~~

含量 98.0%以上

定量法 本品0.5 μl を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。トリメチルクロロシランのピーク面積と総ピーク面積から、トリメチルクロロシランの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 30 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 80 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアガス ヘリウム

流量 1.33 $\text{mL}/\text{分}$

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 主ピークの示す保持時間の3倍までの時間とする。

2, 2, 4-トリメチルペンタン $-(\text{CH}_3)_2\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ $\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$ [K9703, 特級] [540-84-1] 【イソオクタン】

本品は、無色の液で、水にほとんど溶けない。クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する。

純度試験 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長230nm、250nm及び280nmにおける吸光度は、それぞれ0.050、0.010及び0.005以下である。

2, 2, 4-トリメチルペンタン, 紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$ [K9703, 特級] [540-84-1]

本品180 mL に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン1 mL を加え、水浴上で窒素気流下に残留物が1 mL になるまで濃縮する。残留物に本品を加えて溶かし、正確に25 mL とし、検液とす

る。本品を対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき、波長 280～400nm において 0.01 以下（吸光度/cm 光路長）である。

☆ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液 【イソオクタン試液】 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300 mL を 1 L の分液漏斗に入れ、リン酸 75 mL を加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン~~ 紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン 150 mL を加えて振り混ぜ、更に 10 分間放置し、上層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

トルエン $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$ [K8680, 特級] [108-88-3]

o-トルエンスルホンアミド $\text{C}_7\text{H}_9\text{NO}_2\text{S}$ [88-19-7] 【オルトトルエンスルホンアミド】

本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

融点 157～160°C

純度試験 ~~パラトルエンスルホンアミド~~ p-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液（1→5000）につき、成分規格・保存基準各条の項のサッカリンナトリウム中の純度試験(6)に規定する操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド のピーク以外を認めない。

p-トルエンスルホンアミド $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ [70-55-3]

本品は、白～わずかにうすい褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 135～140°C

純度試験 o-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液（1→5000）につき、成分規格・保存基準各条の項のサッカリンカルシウム中の純度試験(5)に規定する操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、p-トルエンスルホンアミド のピーク以外を認めない。

~~p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム3水和物~~ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [~~p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物~~, K8318] [7080-50-4] 【p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム3水和物, クロラミンT】

☆ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 【クロラミンT試液】 ~~クロラミンT~~ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 1.25 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL とする。用時調製する。

トレハロース二水和物 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

納豆菌ガム定量用ニヒドリン試液 ニヒドリン試液、納豆菌ガム定量用を見よ。

納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3) ~~クエン酸三ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 6.19 g, 塩化ナトリウム 5.66 g, ~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 19.80 g, エタノール (95) 130.0 mL , 2, 2'-チオジエタノール 5.0 mL , ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (1→4) 4.0 mL , 及びオクタン酸 0.1 mL を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

~~セモリブデン酸六アンモニウム4水和物~~ セモリブデン酸六アンモニウム四水和物 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [~~セモリブデン酸六アンモニウム四水和物~~, K8905, 特級] [12054-85-2] 【セモリブデン酸六アンモニウム4水和物, モリブデン酸アンモニウム】

☆ セモリブデン酸六アンモニウム試液, 加工デンプン用 【加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液, モリブデン酸アンモニウム試液, 加工デンプン用】 ~~モリブデン酸アンモニウム~~ セモリブデン酸六アンモニウム四水和物 50 g を量り、温水 900 mL に溶かし、室温まで冷却し、水を加えて

~~1 L~~1000mL とする。

ナフタレン $C_{10}H_8$ ~~[K8690, 特級]~~ [91-20-3]

本品は、無色の葉状又は光沢のある棒状の結晶で、特異なおいがある。常温で徐々に揮散し、点火すると煤すすの多い炎をあげて燃える。水にほとんど溶けない。

凝固点 $-79.5^{\circ}C$ 以上

含量 99.0%以上

定量法 本品 1.0 g を量り、アセトンで正確に 10mL としたものを検液とする。検液及びアセトンをそれぞれ 1 μ L 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。検液注入後、測定時間に現れる、アセトン由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対すナフタレンのピーク面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 $200^{\circ}C$

注入口温度 $250^{\circ}C$

検出器温度 $250^{\circ}C$

キャリアーガス ヘリウム

注入方式 スプリット

流量 1.33mL/分

スプリット比 1:100

測定時間 主ピークの示す保持時間の 3 倍までの時間とする。

~~α -ナフチルアミン~~ ~~1-ナフチルアミン~~を見よ。

1-ナフチルアミン $C_{10}H_9N$ [K8692, 特級] [134-32-7] [α -ナフチルアミン]

N -1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$ [K8197, 特級] [1465-25-4] 溶液は、用時調製する。

~~N -1-ナフチル- N' -ジエチルエチレンジアミンシュウ酸塩~~ N , N' -ジエチル- N' -1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 → 「ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用」の前に移動

1-ナフトール $C_{10}H_7OH$ [K8698, 特級] [90-15-3] [α -ナフトール]

遮光して保存する。

~~2-ナフトール~~ $C_{10}H_7OH$ ~~[K8699]~~

~~遮光して保存する。~~

~~α -ナフトール~~ ~~1-ナフトール~~を見よ。

~~β -ナフトール~~ ~~2-ナフトール~~を見よ。

ナフトール・クレアチン試液 1-ナフトール 5 g 及びクレアチン一水和物 0.5 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 500mL を加えて溶かす。用時調製し、遮光する。

~~α -ナフトールベンゼイン~~ ~~p -ナフトールベンゼイン~~を見よ。

p -ナフトールベンゼイン $C_{27}H_{20}O_2$ $C_{27}H_{18}O_2$ [K8693, 特級] [145-50-6] [α -ナフトールベンゼイン]

~~α-ナフトールベンゼイン試液~~ p-ナフトールベンゼイン試液 【α-ナフトールベンゼイン試液】

~~α-ナフトールベンゼイン~~ p-ナフトールベンゼイン 1 g を量り、非水滴定用酢酸を加えて溶かし、100 mL とする。

~~ナフトレゾルシン 1, 3-ジヒドロキシナフタレンを見よ。~~

ナリンギン n 水和物 $C_{27}H_{32}O_{14} \cdot nH_2O$ ナリンゲニン 7-ラムノグルコシド水和物 酵素活性試験法に適するものを用いる。

肉エキス

~~牛肉エキス又はこれと同等のもの。~~

~~肉製ペプトン~~ ペプトン、肉製を見よ。

二クロム酸カリウム $K_2Cr_2O_7$ [K8517, 特級] [7778-50-9] 【重クロム酸カリウム】

二クロム酸カリウム (標準試薬標準物質) $K_2Cr_2O_7$ [容量分析用標準物質, K8005] [7778-50-9] 【重クロム酸カリウム (標準試薬), 二クロム酸カリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$ [β-NAD⁺, K9802] [53-84-9]

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液 β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 0.04 g 40mg を水 10 mL に溶かす。用時調製する。

二酸化硫黄 SO_2 [7446-09-5]

本品は、無色の気体で、特異なおいがある。本品は、亜硫酸水素ナトリウムの濃溶液に硫酸を滴加して調製する。

二酸化ケイ素 SiO_2 [K8885, 特級] [7631-86-9]

二酸化セレン SeO_2 ~~[K8706 ÷ 1004]~~ [7446-08-4]

本品は、白色の結晶で、水に溶けやすい。熱すると昇華する。

~~強熱残分 0.05% 以下~~

二酸化炭素 CO_2 [124-38-9] 「二酸化炭素」

~~ニシュウ酸三水素カリウム 2 水和物, pH 測定用~~ ニシュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用 $KH_3(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$ [二しゅう酸三水素カリウム二水和物, ~~pH 標準液用,~~ K8474, pH 標準液用] [6100-20-5] 【四シュウ酸カリウム, pH 測定用, ニシュウ酸三水素カリウム 2 水和物, pH 測定用, pH 測定用四シュウ酸カリウム】

2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール $(CH_2CH_2OH)_3N$ [K8663, 特級] [102-71-6] 【トリエタノールアミン】

1-ニトロソ-2-ナフトール-3, 6-ジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$ ~~[K8714]~~ [525-05-3]

本品は、黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400cm⁻¹, 1639cm⁻¹, 1451cm⁻¹, 1270cm⁻¹, 1231cm⁻¹, 1173cm⁻¹, 1049cm⁻¹, 848cm⁻¹ 及び 662cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験 鋭敏度 本品 0.2 g を量り、メスフラスコに入れ 100 mL としたものを、検液とする。コバルト標準液 5 mL を量り、酢酸ナトリウム 0.5 g 及び酢酸 (1→3) 0.2 mL を加え、検液 1.0 mL を加えたとき、液の色は赤くなる。

保存基準 密栓し、遮光して保存する。

5-ニトロゾ-8-ヒドロキシキノリン $C_9H_6N_2O_2$ ~~〔K8715-1962〕~~ [3565-26-2]

本品は、暗緑灰色の結晶性の粉末である。~~、水にほとんど溶けない。~~

~~確認試験 レゾルシンの 0.1% エタノール溶液 0.05 mL をるつぼにとり、水浴上で蒸発乾固し、冷却する。これに、本品 0.10 g を硫酸 100 mL に溶かしたものの 0.05 mL を加え、加温するとき、赤紫色となる。~~

~~分解点 約 245°C~~

鋭敏度 本品 0.1 g を硫酸 100 mL に溶かし、検液とする。レゾルシノール・エタノール (99.5) 溶液 (1→1000) 0.05 mL を小型試験管等に入れ、水浴上で蒸発乾固させる。検液 0.05 mL を加え、加温するとき、液の色は赤紫色となる。

p-ニトロフェニル 2-アセトアミド-2-デオキシ-β-D-グルコピラノシド $C_{14}H_{18}N_2O_8$
p-ニトロフェニル-N-アセチル-β-D-グルコサミニド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル α-D-ガラクトピラノシド $C_{12}H_{15}NO_8$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル α-D-グルコピラノシド $C_{12}H_{15}NO_8$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

o-ニトロフェニル β-D-ガラクトピラノシド $C_{12}H_{15}NO_8$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル β-D-グルコピラノシド $C_{12}H_{15}NO_8$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニルジ-N-アセチル-β-キトピオシド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル-α-D-マルトヘプトシド-酵素 p-ニトロフェニル-α-D-マルトヘプトシド 54.5 mg 及び α-グルコシダーゼ 125 単位 (pH6.0) を含む α-アミラーゼ活性試験用試薬で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニルリン酸二ナトリウム六水和物 $O_2NC_6H_4OPO(O\text{Na})_2 \cdot 6H_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ニトロプルシドナトリウム~~ ~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

~~ニトロプルシドナトリウム試液~~ ~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液~~ → 「**ホウ酸**」の前に移動

~~o-ニトロベンズアルデヒド~~ ~~2-ニトロベンズアルデヒド~~ $O_2NC_6H_4CHO$ 本品は、微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、アルコール又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。

~~融点 42~44°C~~

ニトロベンゼン $C_6H_5NO_2$ [K8723, 特級] [98-95-3]

ニトロメタン CH_3NO_2 [K9523, 特級] [75-52-5]

乳酸 $CH_3CH(OH)COOH$ [K8726, 特級] [598-82-3]

乳酸試液 乳酸 12.0 g を量り、水を加えて溶かし、~~て~~ 100 mL とする。

乳酸リチウム $\text{LiC}_3\text{H}_5\text{O}_3$ [867-55-0]

本品は、白色の粉末又は結晶で、においはない。

~~液性~~—~~pH~~— 6.0~7.5 (1.0 g, 水 20~~mL~~)

強熱残分 56.5~58.0% (105°C, 4時間乾燥した試料を使用)

~~乳製カゼイン~~—~~カゼイン~~, 乳製を見よ。

~~乳糖~~—乳糖 1水和物を見よ。

~~乳糖 1水和物~~ラクトース—~~水和物~~ →「ラクトフェリン, 定量用」の前に移動

~~乳糖ブイヨン~~—普通ブイヨンに乳糖 1水和物を 0.5%の割合に加えた後, 培地 1,000~~mL~~に対し, ~~ブロモチモールブルー~~・水酸化ナトリウム試液約 12~~mL~~を加える。次に発酵管に約 10~~mL~~ずつ分注し, 蒸気がまを用いて 100°Cで 15~30分間, 1日1回, 3日間, 間けつ滅菌するか, 又は 121°Cで約 20分間高压蒸気滅菌を行い, 速やかに冷水に浸して冷却する。

ニュートラルレッド $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{ClN}_4$ ~~[K8720-1002]~~ [553-24-2]

本品は, わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は小塊である。水にややとけやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

~~確認試験~~—本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 1,620~~cm~~⁻¹, 1,500~~cm~~⁻¹, 1,360~~cm~~⁻¹, 1,320~~cm~~⁻¹, 1,200~~cm~~⁻¹, 1,140~~cm~~⁻¹, 1,010~~cm~~⁻¹, 880~~cm~~⁻¹, 830~~cm~~⁻¹及び 730~~cm~~⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

~~変色範囲~~—本品 0.10 g に水 80~~mL~~を加え, 加温して溶かす。室温まで冷却し, 水を加えて 100~~mL~~として検液とする。検液 0.1~~mL~~ずつをリン酸緩衝液 (pH6.8) 10~~mL~~, リン酸緩衝液 (pH7.4) 10~~mL~~及びリン酸緩衝液 (pH8.0) 10~~mL~~に加えるとき, ~~それぞれ赤色, だいたい色, 黄だいたい色を呈する。~~

吸光度 0.50 以上 (乾燥物換算)

本品約 0.1 g を精密に量り, 水 80~~mL~~を入れ, 水浴中で加熱して溶かし, 冷却し, メスフラスコに移し, 水 15~~mL~~で洗い入れ, 100~~mL~~にする。その液 10~~mL~~をメスフラスコに正確に入れ, リン酸緩衝液 (pH6.4) で 100~~mL~~にし, 約 5分間放置したものを, 検液とする。検液は, 紫外可視吸光度測定法により, リン酸緩衝液 (pH6.4) を対照として, 波長 525~~nm~~における吸光度を測定する。

乾燥減量 10.0%以下 (105°C, 4時間)

尿素 NH_2CONH_2 [K8731, 特級] [57-13-6]

~~二硫化炭素~~— ~~CS_2~~ —[K8732]

ニンヒドリン $\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_4$ [K8870] [485-47-2]

ニンヒドリン・2-メトキシエタノール・クエン酸緩衝液試液—ニンヒドリン 1.0 g を量り, 2-メトキシエタノール 25~~mL~~を加えて溶かした後, pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2~~mol/L~~) 25~~mL~~を加え混和する。

~~ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液~~—ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液 →「ネオテーム, 定量用」の前に移動

ニンヒドリン・酢酸試液—~~ニンヒドリン 2 g を水 50~~mL~~に溶かし, 酢酸緩衝液 (酢酸ナトリウム 32.8 g を水に溶かし, 酢酸 10~~mL~~及び水を加えて 100~~mL~~としたもの) 25~~mL~~酢酸ナトリウム三水和物 8.2 g を量り, 水に溶かし, 酢酸 2.5~~mL~~を加える。この液にニンヒドリン 2 g を加え, 更に水を加えて 100~~mL~~とする。~~

ニンヒドリン試液—ニンヒドリン 1 g を量り, 水を加えて溶かし, 1,000~~mL~~とする。

ニンヒドリン試液, 加工デンプン用 ニンヒドリン 3.0 g を量り, 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1 → 20) に溶かし, 100 mL とする。

ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用

第 1 液: ニンヒドリン 39 g, アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム 0.081 g 81 mg を量り, 1-メトキシ-2-プロパノール 979 mL に溶かし, 窒素を通じながら混合する。

第 2 液: 酢酸リチウム 204 g, 酢酸 123 mL, 1-メトキシ-2-プロパノール 401 mL に量り, 水を加えて 1,000 mL とし, 窒素を通じながら混合する。

第 1 液と第 2 液を 1 : 1 の割合で混合する。

~~ニンヒドリン・ヒドリンダンチン試液 ニンヒドリン 2 g を量り, ジメチルスルホキシド 75 mL を加えて溶かした後, ヒドリンダンチン 62 mg を加えて溶かし, 酢酸リチウム緩衝液を加えて 100 mL とする。~~

☆ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液 【ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液】 エチレングリコールモノメチルエーテル 2-メトキシエタノール 750 mL を量り, 酢酸緩衝液 250 mL を加えた後, 窒素を通じながらニンヒドリン 20 g, 次に塩化スズ (II) 塩化スズ (II) 二水和物 0.38 g を加えて溶かす。冷暗所で 24 時間放置した後使用する。遮光して保存する。

ネオテーム, 定量用 $C_{20}H_{30}N_2O_5$ [165450-17-9]

主としてアスパルテームと 3, 3-ジメチルブチルアルデヒドとの一段階反応で得られる。本品は, 白～灰白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 $3,320\text{cm}^{-1}$, $2,960\text{cm}^{-1}$, $1,730\text{cm}^{-1}$, $1,690\text{cm}^{-1}$, $1,590\text{cm}^{-1}$, $1,210\text{cm}^{-1}$, 760cm^{-1} 及び 700cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を「ネオテーム」の定量法中の移動相と同一組成の液 100 mL に溶かし, 検液とする。この液 1 mL を正確に量り, 移動相と同一組成の液を加えて正確に 100 mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 25 μL ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 1.5 倍までとする。

操作条件 「ネオテーム」の定量法の操作条件を準用する。

~~ネスラー試液 コウ化カリウム 10 g を量り, 水 10 mL を加えて溶かし, かき混ぜながら, 塩化水銀 (II) 飽和溶液を徐々に加え, 生じた赤色沈殿の一部が溶けないで残る程度になったならばやめ, 水酸化カリウム 30 g を加えて溶かす。次に, 塩化水銀 (II) 飽和溶液 1 mL 及び水を加えて 200 mL とする。静置して上澄液を用いる。~~

~~本液 2 mL をアンモニア (NH_3) 0.05 mg を含む水 50 mL 中に加えるとき, 液は直ちに黄褐色を呈する。~~

ネルソン試液 セモリブデン酸六アンモニウム四水和物, ヒ酸二ナトリウムを含む糖定量用試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ノルビキシシン $C_{24}H_{28}O_4$ [542-40-5]

含量 70%以上

性状 本品は, こい黄みの赤色の粉末である。

確認試験 本品 5.0 mg を水酸化カリウム水溶液 (1 → 200) に溶かして正確に 25 mL とし, これを A

液とする。A液 1 mL に水酸化カリウム水溶液(1→200)を加えて 50mL にした液は、波長 448～456nm 及び 476～484nm に極大吸収部がある。

定量法 A液 10 μ L を量り、次の操作条件に従い液体クロマトグラフィーを行い、クロマトグラム
の全ピークに対する主ピークの面積比を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間
の2倍までとする。

操作条件

検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 460nm)

カラム 内径 4.6mm, 長さ 250mm のステンレス管

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13:7)

流量 主ピークの保持時間が約 10 分となるように調整する。

パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, グアヤコール基質) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、西洋ワサビから得られたものである。本品の 1 単位は、グアヤコールを基質として、pH7.0,
25 $^{\circ}$ Cにおいて 1 分間に 1 μ mol のグアヤコールを酸化する酵素量とする。

パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピログロール基質) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、西洋ワサビから得られたものである。本品の 1 単位は、ピログロールを基質として、pH6.0,
20 $^{\circ}$ Cにおいて 20 秒間に 1 mg のプルプロガリンを生成する酵素量とする。

パーオキシダーゼ試液 (25 単位/mL) パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピログロール基質) を
水に溶かし、その活性を 1 mL 当たり 25 単位とする。

~~ハイドロサルファイトナトリウム 亜ジチオン酸ナトリウムを見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄
層クロマトグラフィー用を見よ。~~

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 グリチルリチン酸, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。

~~薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り) ジメチルシリル化シリカゲ
ル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り) を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍
光剤入り) を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース 微結晶セルロース, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~薄層板, ユッカフォーム抽出物用 ユッカフォーム抽出物用薄層板 →5. クロマトグラフィー用担体
/充填剤の項に移動~~

~~白糖スクロース →「スチグマステロール」の前に移動~~

バナジン (V) 酸アンモニウム NH_4VO_3 [K8747, 特級] [7803-55-6] 【メタバナジン酸ア
ンモニウム】

バナジン酸試液 ~~メタバナジン酸アンモニウム~~バナジン (V) 酸アンモニウム 2.5 g を量り、沸騰水
600 \pm 1 mL に溶かし、60～70 $^{\circ}$ C に冷却後、硝酸 20 \pm 1 mL を加え、室温まで冷却後水を加えて 1,000 \pm 1 mL
とする。

バナジン酸・モリブデン酸試液 ~~メタバナジン酸アンモニウム~~バナジン (V) 酸アンモニウム 1.12
g を量り、温湯約 300 \pm 1 mL を加えて溶かし、硝酸 250 \pm 1 mL を加えた液と、モリブデン酸アンモニウ

△七モリブデン酸六アンモニウム四水和物の粉末 27 g を量り、温湯約 400mL を加えて溶かした液とを混和し、冷後、水を加えて 1,000mL とする。着色瓶褐色瓶に入れて保存し、3～4 日経過した後用いる。

BANASS - ブリリアントエロー試液 → 「1, 4-BTMSB-d 4」の前に移動

バニリン $C_8H_8O_3$ ~~[K9544]~~ [121-33-5]

含量 98.0%以上

本品は、白～淡黄色の結晶性の粉末で、特有なにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 $3180cm^{-1}$ 、 $1670cm^{-1}$ 、 $1590cm^{-1}$ 、 $1510cm^{-1}$ 、 $1270cm^{-1}$ 、 $1160cm^{-1}$ 及び $860cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

融点 80.5～83.5℃

定量法 塩化ヒドロキシルアンモニウム 5 g に水 10mL 及びエタノール (95) 50mL を加え、プロモフェノールブルー試液 5 滴を加えた後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を淡緑色になるまで加える。これに本品約 3 g を精密に加え、20 分間放置し、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は液の色が淡緑色になるときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 152.15mg $C_8H_8O_3$

パノース $C_{18}H_{32}O_{16}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~パラクレゾール p-クレゾールを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンジリデンロダニン p-ジメチルアミノベンジリデンロダニンを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンジリデンロダニン試液~~ ~~パラジメチルアミノベンジリデンロダニン 0.02g を量り、アセトンを加えて溶かし、100mL とする。~~

~~パラジメチルアミノベンズアルデヒド p-ジメチルアミノベンズアルデヒドを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液~~ ~~p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液~~ → 「N, N-ジメチルカゼイン」の前に移動

~~パラフィン、流動流動パラフィン~~ → 「リン酸」の前に移動

~~パラフェニルフェノール p-フェニルフェノール~~ → 「p-フェニルフェノール試液」の前に移動

~~パラフェニルフェノール試液 p-フェニルフェノール試液~~ → 「25%フェニルメチルシリコーンポリマー」の前に移動

パラローズアニリン塩酸塩 $C_{19}H_{17}N_3 \cdot HCl$ [569-61-9]

融点 268～270℃

パラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液 パラローズアニリン塩酸塩 40mg を量り、塩酸 20mL に溶かし、水を加えて 100mL とする。この液に、等量の用時調製したホルマリン溶液ホルムアルデヒド液 (3→500) を混合する。

バルビタールナトリウム $C_8H_{11}N_2NaO_3$ 5, 5-ジエチルバルビツール酸ナトリウム 酵素活性試験法に適するものを用いる

バルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：バルビタールナトリウム 20.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：塩酸 9 mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

バルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (pH5.0, 酢酸ナトリウム・塩化ナトリウム含有) バルビタールナトリウム 5.9 g 及び酢酸ナトリウム 2.3 g を量り、水 400mL を加えて溶かし、塩化ナトリウム

溶液 (85→1000) 80mL を混和し、塩酸試液 (1 mol/L) で pH5.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

パルミチン酸 $C_{16}H_{32}O_2$ [K8756, 特級] [57-10-3]

パルミチン酸 *p*-ニトロフェニル $C_{29}H_{35}NO_4$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

パルミチン酸メチル $C_{17}H_{34}O_2$ [112-39-0]

本品は、白～黄色の結晶状の塊である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.451$

融点 30℃付近

バレイショデンプン 酵素活性試験法に適するものを使用する。

~~pH 測定用四シユウ酸カリウム~~ pH 測定用ニシユウ酸三水素カリウム二水和物 → 「pH 測定用水酸化カルシウム」の前に移動

pH 測定用水酸化カルシウム → 「pH 測定用炭酸水素ナトリウム」の前に移動

pH 測定用炭酸水素ナトリウム → 「pH 測定用炭酸ナトリウム」の前に移動

pH 測定用炭酸ナトリウム → 「pH 測定用フタル酸水素カリウム」の前に移動

pH 測定用フタル酸水素カリウム → 「pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物」の前に移動

~~pH 測定用ホウ酸ナトリウム~~ pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 → 「pH 測定用リン酸水素二ナトリウム」の前に移動

~~pH 測定用無水リン酸二ナトリウム~~ pH 測定用リン酸水素二ナトリウム → 「pH 測定用リン酸二水素カリウム」の前に移動

~~pH 測定用リン酸＝カリウム~~ pH 測定用リン酸二水素カリウム → 「亜鉛」の前に移動

ヒ化水素吸収液 ジエチルジチオカルバミン酸銀 *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50 g を量り、ピリジンに溶かし、100 mL とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

~~ピクリン酸 2, 4, 6-トリニトロフェノールを見よ。~~

ビキシシ $C_{25}H_{30}O_4$ [6983-79-5]

含量 70%以上

性状 本品は、こい赤色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品 5.0 mg をアセトンに溶かして正確に 25mL とし、これを A 液とする。A 液 1 mL にアセトンを加えて 50mL とした液は、452～460nm 及び 482～490nm に極大吸収部がある。

定量法 A 液 10 μ L を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、クロマトグラム全体の主ピークの面積比を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 460nm)

カラム 内径 4.6mm, 長さ 250mm のステンレス管

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13 : 7)

流量 主ピークの保持時間が約 20 分となるように調整する。

~~微結晶セルロース, 薄層クロマトグラフィー用~~ 薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

4, 4'-ビス(4-アミノ-1-ナフチルアゾ)-2, 2'-スチルベンスルホン酸 $C_{34}H_{26}N_6O_6S_2$ [\[5463-64-9\]](#)

本品は、金属光沢のある黒色の粒である。本品を水酸化ナトリウム溶液(1→2=500)に溶かした液は、波長 516nm 付近に極大吸収部がある。

非水滴定用酢酸 酢酸, 非水滴定用を見よ。

~~非水滴定用酢酸第二水銀試液 酢酸第二水銀試液, 非水滴定用を見よ。~~

N, *O*-ビス(トリメチルシリル)アセトアミド $CH_3C[NSi(CH_3)_3]OSi(CH_3)_3$ [\[10416-59-8\]](#)

本品は、無色の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.414\sim 1.418$

比重 $d_{20}^{20}=0.825\sim 0.835$

沸点 71.0~73.0°C (4.7kPa)

~~*N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド~~ *N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド $CF_3CO[Si(CH_3)_3]N[Si(CH_3)_3]$ [\[25561-30-2\]](#) **【*N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセタミド】**

~~本品は、無色の液体である。~~本品は無~わずかにうすい黄色の澄明な液体である。

~~屈折率 $n_D^{20}=1.414\sim 1.418$~~

~~比重 0.825~0.835~~

~~沸点 71~73°C~~

含量 97.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき定するとき、波数 $2960cm^{-1}$, $1750cm^{-1}$, $1330cm^{-1}$, $1250cm^{-1}$, $1200cm^{-1}$, $1150cm^{-1}$, $940cm^{-1}$, $850cm^{-1}$, $760cm^{-1}$, $640cm^{-1}$ 及び $500cm^{-1}$ 付近に主な吸収を認める。

定量法 本品 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の *N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミドのピーク面積と総ピーク面積から、*N*, *O*-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミドの純度を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ約 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用(50%フェニル)メチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80°C

注入口温度 200°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

L-ヒスチジン $C_6H_9N_3O_2$ [\[71-00-1\]](#)

本品は白色の結晶又は粉末である。

含量 本品は、L-ヒスチジン 98.0%以上を含む。

~~純度試験—比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +12.0 \sim +13.0^\circ$ (1 g, 塩酸, 10mL)~~

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/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、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ml = 15.52 mg $C_6H_9N_3O_2$

~~ビス(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン) ビス(3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) を見よ。~~

ビス(3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) $C_{20}H_{18}N_4O_2$ [K9545, 特級] [7477-67-0] 【ビス(1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン)】

☆ヒ素分析用亜鉛 ~~亜鉛、無ヒ素亜鉛、~~ ヒ素分析用 を見よ。

~~ビタミンA測定用イソプロピルアルコール~~ ~~プロピルアルコール、イソ、~~ ~~ビタミンA測定用~~ を見よ。

ビタミンA測定用ジエチルエーテル ジエチルエーテル、ビタミンA測定用を見よ。

~~ビタミンA測定用石油エーテル~~ ~~石油エーテル、~~ ~~ビタミンA測定用~~ を見よ。

ビタミンA 測定用 2-プロパノール 2-プロパノール、ビタミンA測定用 を見よ。

4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸 $C_6H_8N_2O_3S$ [98-71-5]

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (253nm 付近の極大吸収部) = 749 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて溶かして正確に 100 mL とし、これを A 液とする。A 液 10 mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて正確に 100 mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 10 mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μ L を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 4 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

~~ヒドラジン (抱水)~~ ~~ヒドラジン 1 水和物~~ を見よ。

~~ヒドラジン 1 水和物~~ ヒドラジン-1 水和物 $NH_2NH_2 \cdot H_2O$ $H_2NNH_2 \cdot H_2O$ ~~【ヒドラジン-1 水和物、K8871-1980】~~ [7803-57-8] 【ヒドラジン 1 水和物、ヒドラジン (抱水)】

本品は、無色の吸湿性の液体で特異なおいがある。~~空気中で発煙する。~~ 水に極めて溶けやすいが、ジエチルエーテルと混和しない。

含量 本品は、ヒドラジン 1 水和物 ヒドラジン-1 水和物 ($H_2NNH_2 \cdot H_2O$) 98%以上を含む。

~~確認試験—本品は、フェーリング液を還元する。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL 及び塩酸 30 mL を加えて冷却する。冷後、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム溶液で滴定する。終点は、終点近くにクロロホルム 5 mL を加え、絶えず振り混ぜ、クロロホルム層の 紅赤色が消えたる ときとする。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム溶液 1 mL = 2.503 mg $H_2NNH_2 \cdot H_2O$

~~ヒドリンダンチン— $C_{18}H_{16}O_6$ —~~

~~本品は、白色の粉末で、水にはほとんど溶けないが、ジオキサソリンにはよく溶ける。~~

~~純度試験 ニンヒドリン陽性物質 本品 7mg を量り、ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液 10ml を加えて溶かし、3 分間加熱するとき、液は呈色しない。~~

~~鋭敏度 本品のエチレングリコールモノメチルエーテル溶液 (1→10,000) 10ml にアンモニア試液 1ml を加えるとき、液は赤色を呈する。~~

~~乾燥減量 2.0%以下 (105°C, 3 時間)~~

p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CONHNH}_2$ 4-ヒドロキシベンズヒドラジド
酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド試液 酢酸ビスマス (III) 0.14 g, p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド 0.5 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 1.25 g それぞれ量り、水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) を加えて溶かし 25mL とする。

p-ヒドロキシ安息香酸プロピル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ [94-13-3]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 95.0%以上

定量法 本品約 1.0 g を精密に量り、アセトンで正確に 10mL にして、検液する。検液を 1 μ L 量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積から p-ヒドロキシ安息香酸プロピルの含量を求める。なお、用いたアセトン 1 μ L について空試験を行って結果を補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で注入し、毎分 10°C で 250°C まで昇温する。

検出器温度 250°C

注入口温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 15 分

2-[4-(2-ヒドロキシエチル)-1-ピペラジニル]エタンスルホン酸 $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$ [K9804]

5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸 $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$ [21951-33-7]

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (261nm 付近の極大吸収部) = 494 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20 μ Lを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色4号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$ [135-51-3]

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (281nm 付近の極大吸収部) = 126 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その~~0.0100g約10mg~~を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。また、波長236nm, 273nm, 281nm 及び340nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20 μ Lを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色2号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム(非スルホン化芳香族第一級アミン分析用) $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$ [135-51-3]

本品は、白～灰みの黄みを帯びた緑色の粉末である。

確認試験 本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。また、波長236nm, 273nm, 281nm 及び340nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 類縁物質 A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20 μ Lを量り、試薬・試液等の項の3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム中の純度試験に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、0～35分の間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピーク的面積百分率を求めるとき、85.0%以上である。

7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$ [842-19-3]

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (288nm 付近の極大吸収部) = 150 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その~~0.0100g約10mg~~を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。また、波長237nm, 288nm 及び336nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液20 μ Lを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色2号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム試液 (0.05mol/L) 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム (非スルホン化芳香族第一級アミン分析用) 1.74 g を量り、水に溶かし 100mL とする。

6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム $C_{10}H_7NaO_4S$ [135-76-2]

本品は、類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (280nm 付近の極大吸収部) = 200 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、波長 280nm 及び 330nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 1.0mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.1mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(87)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウムのピーク以外を認めない。

7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム $C_{10}H_5Na_3O_{10}S_3$

本品は、白～類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (288nm 付近の極大吸収部) = 105 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。また、波長 240nm, 288nm 及び 344nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 2 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 $C_{21}H_{14}N_2O_7S$ [K8776, 特級] [3737-95-9]

ヒドロキシルアミン試液 塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 20 g を量り、水 40mL を加えて溶かし、エタノール (95) 40mL, ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 300mL 及びブロモフェノールブルー・水酸化ナトリウム試液 2.5mL を加え、30 分間放置した後、ろ過する。用時調製する。

1-ビニル-2-ピロリドン C_6H_9NO [88-12-0]

本品は、澄明の液体である。

純度試験 本品 0.5μL につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により 1-ビニル-2-ピロリドンの量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、検出感度は本品 0.5μL から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さがフルスケールの約 70%になるように調整する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 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ポリエチレングリコールを 1.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80 $^{\circ}$ C で 1 分間保持した、その後、毎分 10 $^{\circ}$ C で 190 $^{\circ}$ C まで昇温し、190 $^{\circ}$ C に到達後を 20 分間保持する。

注入口温度 190 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1-ビニルー 2-ピロリドンのピークが約 15 分後に現れるように調整する。

2, 2'-ビピリジル (C_5H_4N)₂ [K8486, 特級] [366-18-7] [α , α' -ジピリジル]

~~ビフェニル $C_{12}H_{10}$ ガスクロマトグラフィー用に製造された上質のものを用いる。~~

ピラゾール $C_3H_4N_2$ [288-13-1]

本品は、白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 67～71 $^{\circ}$ C

~~1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール $C_{15}H_{11}N_3O$~~

~~だいたい黄色又はだいたい赤色の粉末である。~~

~~吸光度 本品 0.025 g を量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2.0mL にメタノールを加えて正確に 50mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 470nm における吸光度は 0.55 以上である。~~

~~融点 137～140 $^{\circ}$ C~~

~~純度試験 溶状 本品 0.025 g をメタノール 100mL に溶かすとき、液はだいたい黄色、澄明である。~~

~~強熱残分 1.0% 以下~~

~~鋭敏度 本品のメタノール溶液 (1 \rightarrow 4,000) 0.2mL に水 50mL, メタノール 30mL 及び酢酸緩衝液 10mL を加えるとき、液は黄色を呈する。これに塩化銅 (II) 2 水和物溶液 (1 \rightarrow 600) 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈し、更に薄めたエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液 (1 \rightarrow 10) 1 滴を加えるとき、黄色に戻る。~~

4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノールナトリウム塩一水和物 $C_{11}H_8N_3NaO_2 \cdot H_2O$ [16593-81-0]

本品は、橙色の粉末固体である。

溶状 ほとんど澄明

本品 0.1 g を量り、水に溶かして 100mL とし、検液とする。

鋭敏度 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 10.0mL を量り、水を加えて 100mL とする。硝酸 (3 \rightarrow 25) で pH4.0 に調整し、ヘキサメチレンテトラミン飽和溶液で pH5～6 にし、溶状の検液 0.2mL を加え、検液とする。検液を 60 $^{\circ}$ C に加熱して、0.1mol/L 硝酸鉛溶液で滴定するとき、検液は黄色から淡赤色に変わる。0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 0.05mL を加えるとき、液は黄色に変わる。

4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノール試液 4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノールナトリウム塩一水和物 0.1 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とする。

ピリジン C_5H_5N [K8777, 特級] [110-86-1]

ピリジン・水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 1.2 g を量り、水 200mL に溶かし、ピリジン

100mLを加えて混和する。

ピリジン, 水分測定用 C_5H_5N ~~水分 0.1w/v%以下のピリジンを用い、又はピリジンに水酸化カリウム若しくは酸化バリウムを加え、密栓して数日間放置した後、そのまま湿気を遮って蒸留して調製したものをを用いる。湿気を避けて保存する。~~ ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加え、密栓して数日間放置した後、そのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。

水分 本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

~~ピリジン, 無水ピリジン (無水)~~ C_5H_5N ~~[K8777]~~ **【無水ピリジン】** ピリジン 100mL を量り、水酸化カリウム 10 g を加え、24 時間放置した後、上澄液を傾斜してとり、蒸留する。

ピリジン・ピラゾロン試液 ~~1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン~~ 0.20 g を量り、約 75°C の水 100mL を加え、振り混ぜて溶かした後、室温まで冷却する (完全に溶けなくても差し支えない)。これに、あらかじめ ~~ビス (1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン)~~ ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) 0.020 g 20mg を量り、ピリジン 20mL を加えて溶かした液を加えて混和する。

ピリメタニル, 定量用 $C_{12}H_{13}N_3$ [53112-28-0]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

含量 本品は、ピリメタニル ($C_{12}H_{13}N_3$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、波数 3,263 cm^{-1} , 1,588 cm^{-1} , 1,496 cm^{-1} , 1,251 cm^{-1} , 757 cm^{-1} 及び 715 cm^{-1} ~~のそれぞれの~~ 付近に吸収帯を認める。

融点 96~98°C

定量法 本品約 20mg 及び 1, 4-B TMS B - d_4 約 4mg をそれぞれ精密に量り、重水素化メタノール 2mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400MHz 以上の装置を用いて 1H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルを δ 0.23 ppm とし、 δ 2.32 ppm, δ 6.56 ppm, δ 6.80~7.40 ppm 及び δ 7.66 ppm 付近のシグナルの面積強度をそれぞれ A_1 (水素数 6 に相当), A_2 (水素数 1 に相当), A_3 (水素数 3 に相当), A_4 (水素数 2 に相当) とするとき、 $(A_1/6)/A_2$, $(A_1/6)/(A_3/3)$, $(A_1/6)/(A_4/2)$, $A_2/(A_3/3)$, $A_2/(A_4/2)$ 及び $(A_3/3)/(A_4/2)$ がそれぞれ 1.0 となることを確認する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの A_1 , A_2 , A_3 及び A_4 の和を I とし、水素数の和を N , 1, 4-B TMS B - d_4 の純度を P (%) とし、次式によりピリメタニルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

ピリメタニル ($C_{12}H_{13}N_3$) の含量 (%)

$$= \frac{1, 4-B TMS B - d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 0.8797 \text{ (％)}$$

操作条件

スピニング オフ

^{13}C 核デカップリング あり

取り込み時間 4 秒以上

観測スペクトル幅 - 5～15ppm を含む 20ppm 以上
パルス角 90°
繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上
ダミーキャン 1 回以上
積算回数 8 回以上

ピロ亜硫酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ ~~ヘキサヒドロキノアンチモン (V) 酸カリウムを見よ。~~

~~ピロアンチモン酸水素カリウム試液~~ ヘキサヒドロキノアンチモン (V) 酸カリウム試液 → 「ヘキサ
メチルジシラザン」の前に移動

ピロガロール $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_3$ [K8780, 特級] [87-66-1]

~~ピロガロール溶液, アルカリ性ピロガロール試液 (アルカリ性)~~ 【アルカリ性ピロガロール溶液,
ピロガロール溶液, アルカリ性】 ピロガロール 4.5 g をガス洗浄瓶に入れ, 窒素を 2～3 分間ガ
ス洗浄瓶に吹き込んで空気を追い出す。次に, 水酸化カリウム 65 g を水 85 ~~mL~~ mL に溶かした液をガ
ス洗浄瓶に加える。更にガス洗浄瓶に窒素を吹き込んで完全に空気を追い出す。

ピロガロール・水酸化ナトリウム試液 ピロガロール 10 g を量り, 水酸化ナトリウム溶液 (3→10)
80 mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム溶液 (3→10) で 100 mL とする。使用時に調製する。

ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$ [5108-96-3] (原子吸光分析用)

~~ピロリドンカルボン酸~~ DL-2-ピロリドン-5-カルボン酸 $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$ [149-87-1] 【ピロ
リドンカルボン酸】

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

含量 本品を乾燥したものは, 2-ピロリドン-5-カルボン酸 ($\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$) 97.0% 以上を含む。

確認試験 本品の赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき, 波数
3-400 cm^{-1} , 1,720 cm^{-1} , 1,655 cm^{-1} , 1,420 cm^{-1} 及び 1,230 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認
める。

乾燥減量 1.5% 以下 (105°C, 3 時間)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により定量する。
0.05 mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ mL = 12.91 mg $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$

ピロリン酸塩緩衝液 (pH9.0) ピロリン酸カリウム 3.3 g, ジチオスレイトール 15 mg 及びエチレン
ジアミン四酢酸二ナトリウム ~~2~~ 二水和物 40 mg を量り, 水を加えて溶かし, 70 ~~mL~~ mL とした後, クエン
酸 ~~1~~ 一水和物溶液 (21→100) を加えて, pH9.0 に調整し, 更に水を加えて, 正確に 100 ~~mL~~ mL とす
る。用時調製する。

ピロリン酸カリウム $\text{K}_4\text{O}_7\text{P}_2$ [7320-34-5]

本品は, 白色の結晶性の粉末で, 水に極めて溶けやすい。

融点 1,109°C

ピロリン酸カリウム・塩酸緩衝液 (0.05 mol/L, pH9.0) ピロリン酸カリウム 0.83 g を水 40 ~~mL~~ mL
に溶かす。これに塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH9.0 に調整し, 水を加えて 50 ~~mL~~ mL とする。使
用前に温度を 22±2°C にする。

ピロール $\text{C}_4\text{H}_4\text{NH}$ ~~[K8787-1961]~~ [109-97-7]

本品は, 無色透明な液体で特異なにおいがある。 ~~空気中で次第に褐色となる。~~ 水に溶けないが,
ジエチルエーテルに溶ける。

~~確認試験 本品 0.5 g を 50 vol% エタノール 5 ml に溶かし、ニトロプルシドナトリウム試液 1 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 5 ml を加えるとき、液の色は緑黄色から次第に緑色となる。煮沸後酢酸を加えて酸性にすると青色を呈する。~~

~~比重 0.965～0.975~~

含量 99.0%以上

定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ピロールのピーク面積と総ピーク面積から、ピロールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃ で注入し、毎分 10℃ で 230℃ まで昇温する。

注入口温度 150℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 0.5 mL / 分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

測定時間 18 分

フィチン酸ナトリウム塩水和物 $C_6H_{18}O_{24}P_6 \cdot mNa^+ \cdot nH_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

フィトナジオン $C_{31}H_{46}O_2$ [84-80-0]

日本薬局方フィトナジオンを用いる。

~~1, 10-フェナントロリン 1 水和物~~ 1, 10-フェナントロリン 1 水和物 $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ [1, 10-フェナントロリン 1 水和物, K8789, 特級] [3829-86-5, 無水物] 【1, 10-フェナントロリン 1 水和物, オルトフェナントロリン】

☆ 1, 10-フェナントロリン試液 【オルトフェナントロリン試液】 ~~オルトフェナントロリン 1, 10-フェナントロリン 1 水和物~~ 0.15 g を量り、新たに調製した 硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 七水和物 溶液 (37→2,500) 10 mL を加えて溶かす。用時調製する。

1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール $C_{16}H_{12}N_2O$ スダン I [842-07-9]

本品は黄みの赤色の粉末又は塊である。

含量 98.0%以上

確認試験 本品約 0.1 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて超音波処理をして溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL をエタノール (95) で 100 mL とした液は、波長 477～483 nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10 g を量り、エタノール (95) を加えて超音波処理をして溶かし、正確に 100 mL としたとき、液はほとんど澄明である。

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、アセトニトリル (HPLC 用) に溶かし正確に 100 mL とし、検液とする。検液及びアセトニトリル (HPLC 用) をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中のアセト

ニトリル由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、98.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 230nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル (HPLC用) / 水混液 (9 : 1)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)

L-フェニルアラニン C₉H₁₁NO₂ [63-91-2] 「L-フェニルアラニン」

フェニルヒドラジン C₆H₅NHNH₂ ~~[K8705-1080]~~ [100-63-0]

本品は、無〜希淡黄色の透明な液体でわずかに芳香がある。ジエチルエーテルにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

~~凝固点 18~20 $^{\circ}$ C~~

含量 99.0%以上

定量法 本品 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。フェニルヒドラジンのピーク面積と総ピーク面積から、フェニルヒドラジンの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 15m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100 $^{\circ}$ C で注入し、毎分 10 $^{\circ}$ C で 250 $^{\circ}$ C まで昇温する。

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 5.0mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

測定時間 15 分

☆ p-フェニルフェノール C₆H₅C₆H₄OH [92-69-3] 【パラフェニルフェノール】

本品は、昇華性を有する白色の結晶である。エタノール (95)、ジエチルエーテル及びクロロホルムに溶け、石油エーテルに溶けにくい。

融点 163~167 $^{\circ}$ C

水分 0.2%以下

強熱残分 0.20%以下

☆ p-フェニルフェノール試液 【パラフェニルフェノール試液】 ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール 0.75 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 50 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。必要があればろ過する。用時調製する。

~~25%フェニルメチルシリコンポリマー~~ ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用い

る。

~~1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン-3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンを見よ。~~

☆ p-フェニレンジアミン二塩酸塩 $C_6H_4(NH_2)_2 \cdot 2HCl$ [624-18-0] 【塩酸パラフェニレンジアミン】

本品は、白～淡黄色又は白～淡紅赤色の結晶性の粉末で、水によく溶ける。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 10mL)

分子吸光係数 本品 ~~0.060g~~ 60mg を量り、水 100mL を加えて溶かし、この液 1.0mL を量り、リン酸緩衝液 (pH 7) を加えて 50mL とする。この液をリン酸緩衝液 (pH 7) を対照液として波長 237～241nm における吸光度を測定するとき、本品の分子吸光係数は、8,000 以上である。

フェノール C_6H_5OH [K8798, 特級] [108-95-2]

フェノール試液 (0.25mol/L) フェノール 23.5 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。ガラス容器に、遮光して、30℃で保存する。調製後 24 時間放置後に使用する。

~~フェノール・ニトロプルシド試液~~, 塩基性フェノール・ニトロプルシド試液 (塩基性) 水酸化ナトリウム溶液 (13→50) 8～10mL をとり量り、ニトロプルシドナトリウム溶液 (1→100) 0.1mL を加えてかくはんし、フェノール・エタノール溶液 (5→8) 10mL を加えた後、水を加えて 50mL とする。用時調製する。

フェノールフタレイン $C_{20}H_{14}O_4$ [K8799, 特級] [77-09-8]

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かす。

2 w/v % フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 2.0 g を量り、エタノール (99.5) 100mL を加えて溶かす。

フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 2 w/v % フェノールフタレイン試液 0.5mL 及び炭酸ナトリウム試液 (0.5mol/L) 0.5mL を量り、水を加えて 100mL とする。用時調製する。

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 フェノール 5 g 及び ~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物~~ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物 0.025 g 25mg を量り、水を加えて溶かし、500mL とする。冷暗所に保存する。

フェノールレッド $C_{19}H_{14}O_5S$ [K8800, 特級] [143-74-8]

フェノールレッド試液 フェノールレッド 0.1 g を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かし、必要があれば過する。

~~フェノールレッド試液~~, 希フェノールレッド試液 (pH4.7) 【希フェノールレッド試液, フェノールレッド試液, 希】

第 1 液：フェノールレッド ~~0.033 g~~ 33mg を量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 1.5mL 及び水を加えて溶かし、100mL とする。

第 2 液：硫酸アンモニウム ~~0.025 g~~ 25mg を量り、水 235mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 105mL 及び酢酸 (3→25) 135mL を加えて混和する。

第 1 液 1 容量と第 2 液 19 容量とを混和し、必要があれば、水酸化ナトリウム溶液又は酢酸を加えて、pH4.7 に調整する。

~~フェリシアン化カリウム~~ → ~~ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム~~ を見よ。

フェーリング試液

銅液：硫酸銅硫酸銅 (II) 五水和物 の細かい結晶 34.66 g を量り、水を加えて溶かし、500mL

とする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。

アルカリ性酒石酸塩液：酒石酸カリウムナトリウム4水和物 (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を量り、合わせ、水を加えて溶かして 500 mL とする。ゴム栓をして保存する。

用時、両液の等容量を混和する。

フェルラ酸，定量用 $C_{10}H_{10}O_4$ [1135-24-6]

本品は、白～淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液（1→200000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 215～219nm, 231nm～235nm 及び 318～322nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 澄明（10mg, メタノール 10mL）

(2) 類縁物質 本品 1 mg にメタノール 1 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 2 μ L につき、対照液を用いず、酢酸エチル/アセトン/水混液（20：12：3）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、硫酸を均等に噴霧し、105℃で 5 分間加熱乾燥し、紫外線（主波長 365nm）を照射して観察するとき、Rf 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

(3) 本品 5 mg を水/メタノール（HPLC用）混液（1：1）10mL に溶かし、検液とする。検液 1 mL を正確に量り、水/メタノール（HPLC用）混液（1：1）を加えて正確に 100mL とし、比較溶液とする。検液及び比較溶液 10 μ L ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較溶液の主ピーク面積より大きくない。ただし、検液及び比較溶液の調製は遮光下で行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 240nm）

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g に水 1000mL を加えて溶かし、リン酸 2 mL を加えた溶液 850mL にアセトニトリル（HPLC用）150mL を加える。

流量 1.0mL/分

フェルラ酸シクロアルテニル $C_{40}H_{58}O_4$ [21238-33-5]

本品は、白～淡褐色の末である。

確認試験 (1) 本品のヘプタン溶液（1→50000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 229～233nm, 289nm～293nm 及び 313～317nm に極大吸収部がある。ただし、試験は遮光下で行う。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 2940 cm^{-1} , 1691 cm^{-1} , 1511 cm^{-1} 及び 1270 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

溶状 ほとんど澄明（2mg, アセトン 2mL）

純度試験 (1) 類縁物質

本品 2.0mg をアセトン 2 mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを

加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5 μ L ずつ量り、ヘキサン/アセトン混液 (5 : 2) を展開溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに展開した後、風乾する。これに紫外線 (主波長 365nm) を照射するとき、検液から得た Rf 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは、比較液から得たスポットより濃くない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体として使用する。

(2) 本品 2mg にアセトン 2mL を加えて溶かし、検液とする。検液 5 μ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、98.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。なお、アセトンについて空試験を行って結果を補正する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 315nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (40: 7: 3)

流量 1.2mL/分

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 1時間)

フェロイン試液 硫酸鉄 (II) 七水和物 0.70 g に水 70mL 及び塩化 1, 10-フェナントロリニウム一水和物 1.78 g を加えて溶かし、水で 100mL とする。

~~フェロシアン化カリウム~~ ~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウムを見よ。~~

フォルイン試液 ~~タンダステン酸ナトリウム~~ **タンダステン (VI) 酸ナトリウム二水和物** 20 g 及び ~~モリブデン酸ナトリウム~~ **モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物** 5 g を量り、300mL のフラスコに入れ、水約 140mL, リン酸 (17 \rightarrow 20) 10mL 及び塩酸 20mL を加え、すり合わせの還流冷却器を付け、10 時間緩やかに煮沸する。次に **硫酸リチウム硫酸リチウム一水和物** 30 g 及び水 10mL を加え、更に臭素ごく少量を加えて濃緑色の液を黄色とし、冷却器を付けずに 15 分間煮沸して過量の臭素を除く。冷後、水を加えて 200mL とし、~~ガラスろ過器~~ **定性分析用ろ紙 (2種)** でろ過し、密栓して保存する。

フクシン $C_{20}H_{20}ClN_3$ [632-99-5]

光沢のある緑色の結晶性粉末又は塊で、水又はエタノール (95) に溶けにくい。

乾燥減量 17.5~20.0% (1 g, 105°C, 4時間)

強熱残分 0.1%以下 (1 g)

フクシン・亜硫酸水素ナトリウム試液 フクシン 0.2 g を量り、熱湯 120mL を加えて溶かす。冷後、亜硫酸水素ナトリウム 2 g 及び塩酸 2 mL を加え、更に水を加えて 200mL とする。少なくとも 1 時間放置した後使用する。褐色瓶に入れ、冷所に保存する。

~~ブタノール~~ ~~1-ブタノールを見よ。~~

1-ブタノール $CH_3(CH_2)_2CH_2OH$ [K8810, 特級] [71-36-3] **【ブタノール】**

2-ブタノール $CH_3CH_2CH(OH)CH_3$ [K8812, 特級] [78-92-2]

~~tert-ブタノール~~ ~~t-ブチルアルコールを見よ。~~

2-ブタノン $CH_3COC_2H_5$ [K8900, 特級] [78-93-3] **【メチルエチルケトン, エチルメチル**

ケトン】

o-フタルアルデヒド $C_6H_4(CHO)_2$ [\[643-79-8\]](#)

本品は、淡黄～黄色の結晶である。

純度試験 類縁物質 本品 1 g をエタノール [\(95\)](#) 10 mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール [\(95\)](#) を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、[溶剤溶媒](#) ピークの後ろから主ピークの保持時間の 7 倍までとする。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充てん填剤

液相 担体に対して 10% のメチルシリコーンポリマー

担体 酸及びシラン処理した 177～250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 毎分約 50 mL の一定量で o-フタルアルデヒドの保持時間が 3～4 分になるように調整する。

フタルアルデヒド試液 o-フタルアルデヒド ~~0.040 g~~ 40 mg をメタノール 1 mL に溶かした液に ~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 1 mL 及び 2-メルカプトエタノール ~~0.05 mL~~ 50 μL を加えて混和する。遮光した容器に密栓して保存する。調製後、1 週間以内に使用する。

o-フタルアルデヒド試液 (ペプチダーゼ活性試験用) o-フタルアルデヒド 40 mg を量り、エタノール (99.5) 1 mL を加えて溶かし、四ホウ酸ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 25 mL, ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→5) 2.5 mL 及び 2-メルカプトエタノール 0.1 mL を加え、水を加えて 50 mL とする。

フタル酸 $C_8H_6O_4$ [\[88-99-3\]](#)

本品は、白色の結晶性の粉末で、メタノールに溶けやすいが、水又はジエチルエーテルに溶けにくい。

含量 本品は、フタル酸 ($C_8H_6O_4$) 99.0% 以上を含む。

純度試験 他の芳香族化合物 本品 ~~0.0100 g~~ 10 mg を精密に量りメタノール 30 mL に溶かした後、酢酸 (1→100) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10.0 mL を量り、酢酸 (1→100) / メタノール混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL とした液につき、成分規格・保存基準各条の項の安息香酸中の純度試験 (6) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、フタル酸のピーク以外を認めない。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、~~中和~~エタノールエタノール (中和) 50 mL を加えて溶かした後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 8.307 mg $C_8H_6O_4$

~~フタル酸水素カリウム $C_6H_4(COOK)(COOH)$ [K8809]~~

フタル酸水素カリウム, pH 測定用 $C_6H_4(COOK)(COOH)$ [~~pH 標準液用~~, K8809, pH 標準液用] [\[877-24-7\]](#)

フタル酸水素カリウム (標準物質) $C_6H_4(COOK)(COOH)$ [容量分析用標準物質, フタル酸水素カリウム, K8005] [877-24-7]

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

☆無水フタル酸無水物 $C_6H_4(CO)_2O$ [~~K8887~~] [85-44-9] 【無水フタル酸】

含量 99.5%以上

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末又は薄片である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき, 波数 $1860cm^{-1}$, $1770cm^{-1}$, $1610cm^{-1}$, $1480cm^{-1}$, $1370cm^{-1}$, $1260cm^{-1}$, $1120cm^{-1}$, $910cm^{-1}$ 及び $720cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

融点 $131\sim 133^{\circ}C$

定量法 本品約 2.0g を精密に量り, $1mol/L$ 水酸化ナトリウム溶液 50mL を正確に加え, $1mol/L$ 塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。

$1mol/L$ 水酸化ナトリウム溶液 1mL = $74.06mg C_6H_4(CO)_2O$

~~α-ブチルアルコール 2-メチル-2-プロパノール → 「4-メチル-2-ペンタノン」の前に移動~~

~~ブチルアルコール, イソ-2-メチル-1-プロパノールを見よ。~~

~~普通ブイヨン 肉エキス 5g 及びペプトン 10g を水 1,000mL に加え, 穏やかに加温して溶かし, 滅菌後に pH6.4~7.0 となるように調整し, 冷後, 蒸発した水を補い, ろ過する。この液を $121^{\circ}C$ で 30 分間高圧蒸気滅菌する。~~

フッ化水素酸 HF [ふっ化水素酸, K8819, 特級] [7664-39-3]

フッ化ナトリウム NaF [ふっ化ナトリウム, K8821, 特級] [7681-49-4]

~~ブドウ糖 D (+) -グルコース → 「グルコースオキシダーゼ」の前に移動~~

部分加水分解サポニン, 定量用 本品は, 白色の結晶で, わずかににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 $3,240cm^{-1}$, $2,920cm^{-1}$, $1,640cm^{-1}$, $1,150cm^{-1}$, $1,080cm^{-1}$ 及び $1,020cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 ~~0.010g~~ 10mg を 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35) 20mL に溶かし, 検液とする。この液 4 mL を正確に量り 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35) を加えて正確に 100mL とし, 比較液とする。検液及び比較液 20μL につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒が検出されてから 30 分間までとする。主ピークは, 溶媒が検出されてから約 10 分後に現れる。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 ~~シリカ~~ 5~10μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 $40^{\circ}C$

移動相 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35)

流量 部分加水分解サポニンの保持時間が約 10 分となるように調整する。

乾燥減量 2.0%以下 (105℃, 3 時間)

フモニシンB₁ C₃₄H₅₉NO₁₅ [116355-83-0]

本品は、白～黄白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3~~7~~450cm⁻¹, 2~~7~~934cm⁻¹, 1~~7~~730cm⁻¹及び 1~~7~~632cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 本品 ~~0.010g~~10mg を水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 10~~mL~~mL に溶かし、検液とする。

検液 10~~mL~~mL を量り、対照液を用いず、メタノール/水混液 (7 : 3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。これにバニリン 1 g を硫酸/エタノール (95) 混液 (4 : 1) 100~~mL~~mL に溶かした液を噴霧し、自然光下で観察するとき、一つのスポット以外のスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを担体として使用する。

ブラシカステロール C₂₈H₄₆O [474-67-9]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし、標準液のステリグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 0.85 である。

融点 148~154℃

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

ブリリアントエロー C₂₆H₁₈N₄Na₂O₈S₂ [3051-11-4]

橙茶色の粉末で、水に溶ける。本品を水酸化ナトリウム溶液 (1 → 2~~5~~500) に溶かした液は、波長 492nm 付近に極大吸収部がある。

ブリリアントグリーン C₂₇H₃₄N₂O₄S [633-03-4]

微細な光沢ある黄色の結晶で、水又はエタノール (95) に溶ける。

極大吸収波長 623nm

フルオレセイン C₂₀H₁₂O₅ [2321-07-5]

本品は、黄赤～赤褐色の粉末である。

比吸光度 E_{1cm}^{1%} (487~493nm 極大吸収部) = 2173~2655

本品約 20mg を精密に量り、アンモニア水 (28) (1 → 25) に溶かし 10mL とし、A 液とする。A 液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 200mL とした液は、波長 487~493nm に極大吸収部がある。またこの液につき、アンモニア水 (28) (1 → 25) 5 mL を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とし、この液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 200mL とした液を対照とし、波長 487~493nm の極大吸収部における吸光度 A_B を測定し、次式により比吸光度を求める。

10

100

$$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

試料の採取量 (g) 100 - 乾燥減量 (%)

純度試験 (1) 溶状 本品を乾燥した後、その約 20mg を精密に量り、アンモニア水(28) (1→25) に溶かし 10mL としたとき、液は澄明である。

(2) 類縁物質 比吸光度の A 液 1 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 50mL とし、検液とする。検液及びアンモニア水 (28) (1→25) 1 mL を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 50mL とした液をそれぞれ 20 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～25 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中のアンモニア水及び酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 230nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル (HPLC 用)

濃度勾配 A : B (95 : 5) から (30 : 70) の直線濃度勾配を 15 分間行い、A : B (30 : 70) で 10 分間保持する。

流量 1.0mL/分

乾燥減量 10.0%以下 (50mg, 135 $^{\circ}$ C, 6 時間)

D (-) -フルクトース $C_6H_{12}O_6$ [57-48-7] 日本薬局方果糖を用いる。

フルクトース (酵素用) $C_6H_{12}O_6$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

α -D-フルクトフラノース β -D-フルクトフラノース 1, 2' : 2, 3' -二無水物 $C_{12}H_{20}O_{10}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

フルジオキシニル, 定量用 $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ [131341-86-1]

本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末である。

含量 本品は、フルジオキシニル ($C_{12}H_6F_2N_2O_2$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3, 289 cm^{-1} , 2, 223 cm^{-1} , 1, 652 cm^{-1} , 1, 530 cm^{-1} 及び 1, 236 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 200～201 $^{\circ}$ C

定量法 本品約 20mg 及び DSS-d₆ 約 4mg をそれぞれ精密に量り、重水素化ジメチルスルホキシド 2ml を加えて溶かす。この液を外径 5mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400MHz 以上の装置を用いて ¹H NMR スペクトルを測定する。DSS-d₆ のシグナルを δ 0 ppm とし、 δ 7.31～7.40 ppm, δ 7.56 ppm 及び δ 7.85 ppm 付近のシグナル面積強度をそれぞれ A1 (水素数 3 に相当), A2 (水素数 1 に相当) 及び A3 (水素数 1 に相当) とするとき、(A1/3) / A2 及び (A1/3) / A3 及び A2 / A3 がそれぞれ 1.0 となることを確認する。DSS-d₆ のシグナル面積強度を 9.000 としたときの A1, A2 及び A3 の和を I とし、水素数の和を DSS-d₆ の純度を P (%) とし、次式によりフルジオキシニルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾きよう雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナル面積強度及び水素数は定量に用いない。

$$\frac{\text{フルジオキシソニル (C}_{12}\text{H}_6\text{F}_2\text{N}_2\text{O}_2) \text{ の含量 (\%)} \times \text{DSS-d}_6 \text{ の採取量 (mg)} \times \text{I} \times \text{P}}{\text{試料の採取量 (mg)} \times \text{N}} \times 1.106 \text{ (\%)} - (\%)$$

測定条件

スピニング オフ
¹³C核デカップリング あり
 取り込み時間 4秒以上
 観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上
 パルス角 90°
 繰り返しパルス待ち時間 60秒以上
 ダミーキャン 1回以上
 積算回数 8回以上

~~プルシン プルシン n水和物を見よ。~~

プルシン n水和物 C₂₃H₂₆N₂O₄ · nH₂O [K8832, 特級] [357-57-3, 無水物] 【プルシン】
 プルラナーゼ [9075-68-7]

本品は、細菌 (*Bacillus*, *Klebsiella*, *Sulfolobus solfataricus*) の培養物より得られたプルランを分解する酵素 (*pullulan 6-glucanohydrolase*, EC3. 2. 1. 41) である。本品は、プルランの α-1, 6-グルコシド結合を加水分解し、マルトトリオースを生成する。

活性単位 プルランを基質とし、pH5.0, 30℃で作用するとき、1分間に1μmolのマルトトリオースを遊離する酵素量を1単位とする。

プルラナーゼ試液 プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1mL当たり10単位とする。

プルラナーゼ試液 (100単位/mL) プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1mL当たり100単位とする。ただし1単位は、プルランを基質とし、pH6.0, 40℃において、1分間に1μmolのグルコースに相当する還元糖を生成する酵素量とする。

プルラン [(C₆H₁₀O₅)_n]_m 酵素活性試験法に適するものを用いる。

プルラン (還元処理) 本品は、プルランを還元剤を用いて処理し、プルラナーゼ活性試験時の還元糖測定への影響を軽減させたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

プルラン (赤色) 本品は、部分加水分解されたプルランを、30糖残基に3-(フェニルアゾ)-4-ヒドロキシ-5-(4,6-ジクロロ-1,3,5-トリアジン-2-イルアミノ)ナフタレン-2,7-ビス(スルホン酸ナトリウム)1分子程度の割合で染色したものである。赤色を呈する。酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ブレインハートインフュージョン寒天 微生物試験用に製造したもの。~~

プロテアーゼ用基質溶液 以下のうち、いずれかを使用する。

①カゼイン試液 (pH2.6, pH3.0)

カゼイン (乳製) 約1gを精密に量り、105℃で2時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物0.60gに対応するカゼイン (乳製) を量り、乳酸試液6mL及び水75mLを加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) でpH2.6又はpH3.0に調整し、水を加えて100mLとする。

②カゼイン試液 (pH6.0, pH7.0, pH8.0, pH10.0)

カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り 105℃で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 0.60 g に対応するカゼイン (乳製) を量り、リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05mol/L) 80mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH6.0, pH7.0, pH8.0 又は pH10.0 に調整し、水を加えて 100mL とする。

③ジメチルカゼイン試液 (pH7.0, pH8.0)

N, N-ジメチルカゼイン 3.2 g を量り、熱湯 200mL に加えて溶かす。四ホウ酸ナトリウム十水和物 25.9 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 13.3 g を量り、水 400mL を加えて溶かし、この中に上記の冷めた N, N-ジメチルカゼイン溶液全量及びポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 0.6mL を加え混和する。塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH7.0 又は pH8.0 に調整し、水を加え 1000mL とする。

プロテアーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

①pH8.0 のリン酸緩衝液 (0.02mol/L)

②酢酸カルシウム一水和物 0.35 g 及び塩化ナトリウム 0.58 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH6.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

③亜硫酸ナトリウム溶液 (1→50)

④塩酸試液 (0.1mol/L) に水を加え、50 倍容量に薄め、これを氷冷して用いる。

⑤塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。

⑥硫酸カルシウム二水和物 0.34 g 及び塩化ナトリウム 0.59 g を量り、水を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 2 mL, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→10) 0.5 mL 及び水を加えて 1000mL とする。

⑦塩化カリウム 112 g 及びホウ酸 30.9 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム 8.6 g を加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。この液に亜硫酸ナトリウム溶液 (1→5) 1000mL, ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 7.5mL 及び水を加え 10 L とする。塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH9.0 に調整する。

⑧pH2.6 の塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

~~プロパノール 1—プロパノールを見よ。~~

1—プロパノール $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [K8838, 特級] [71-23-8] 【プロパノール】

2—プロパノール $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$ [K8839] [67-63-0] 【イソプロピルアルコール, プロピルアルコール, イソ】

2—プロパノール, ビタミンA測定用 【イソプロピルアルコール, ビタミンA測定用, ビタミンA測定用イソプロピルアルコール, プロピルアルコール, イソ, ビタミンA測定用】 再蒸留水を対照にして吸光度を測定するとき, 320~350nm で 0.01 以下, 300nm で 0.05 以下である。

プロピオン酸 $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$ [79-09-4] 「プロピオン酸」

~~プロピルアルコール, イソ 2—プロパノールを見よ。~~

~~プロピルアルコール, イソ, ビタミンA測定用 2—プロパノール, ビタミンA測定用を見よ。~~

プロピレングリコール $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ [K8837, 特級] [57-55-6]

プロピレンクロロヒドリン $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{Cl}$ [127-00-4]

本品は、無～微黄色の液体で、水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶ける。

含量 本品は1-クロロ-2-プロパノールを70%以上、2-クロロ-1-プロパノールを約25%含有する。

屈折率 $n_D^{20}=1.439\sim 1.441$

比重 $d_4^{20}=1.111\sim 1.115$

沸点 $126\sim 127^\circ\text{C}$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)を準用し、定量する。

ブromokresolgreen $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$ [K8840, 特級] [76-60-8]

ブromokresolgreen試液 ブromokresolgreen ~~0.050g~~50mgを量り、エタノール (95) 100mLを加えて溶かし、必要があればろ過する。

ブromokresolgreen試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) ブromokresolgreen 70mgを量り、エタノール (99.5) 4mLを加えて溶かし、水 16mLを加え混和する。超音波処理を30分間行い、0.45 μm フィルターでろ過する。

ブromokresolgreen・メチルレッド混合試液 ブromokresolgreen試液及びメチルレッド試液の等容量を混和する。

ブromochromoblu $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$ [K8842, 特級] [76-59-5]

ブromochromoblu試液 ブromochromoblu 0.1gを量り、50vol%エタノール 100mLを加えて溶かし、必要があればろ過する。

~~ブromochromoblu・水酸化ナトリウム試液~~ ブromochromobluを粉末とし、その0.2gに水酸化ナトリウム溶液 (4.3 \Rightarrow 1,000) 5mLを加え、更に少量の水を加え、50 $^\circ\text{C}$ の水浴中で振り混ぜながら溶かした後、水を加えて100mLとする。

ブromophenolbl $\text{C}_{19}\text{H}_{10}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$ [K8844, 特級] [115-39-9]

ブromophenolbl試液 ブromophenolbl 0.1gを量り、50vol%エタノール 100mLを加えて溶かし、必要があればろ過する。

ブromophenolbl試液, クエン酸用 ブromophenolbl試液に等容量のエタノール (95) を加え、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (0.01mol/L) を加えてpH7.0とする。

ブromophenolbl・水酸化ナトリウム試液 ブromophenolbl 0.1gを量り、~~0.05mol/L~~水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (0.05mol/L) 3mLを加え、よく振り混ぜて溶かし、水を加えて25mLとする。

L-プロリン p-ニトロアニリドトリフルオロ酢酸塩 $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\cdot\text{C}_2\text{HF}_3\text{O}_2$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

分枝デキストリン 本品は、デンプン加水分解物より低分子成分を除去することにより得られた高分子のデキストリンである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

ヘキサクロロベンゼン C_6Cl_6 [118-74-1]

本品は、ヘキサクロロベンゼン98%以上を含む。

融点 226°C

~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム~~ ~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3水和物~~を見よ。

☆ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物~~, K8802, 特級] [14459-95-1] 【フェロシアン化カリウム, ヘキサシアノ鉄

(II) 酸カリウム, ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3水和物

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸ナトリウム十水和物 $\text{Na}_4 [\text{Fe} (\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ [14434-22-1]

本品は、わずかにうすい黄～黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 95.0%以上

溶状 微濁 (1 g, 20mL)

定量法 本品 1 g を量り, 硫酸 (1→21) 210mL を加えて溶かし, 0.02mol/L 過マンガン酸カリウムで滴定する。終点は液の淡赤色が 15 秒間残るときとする。同一条件で, 空試験を行い, 滴定量を補正する。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1mL=48.41 mg $\text{Na}_4 [\text{Fe} (\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム $\text{K}_3 [\text{Fe} (\text{CN})_6]$ [K8801, 特級] [13746-66-2] 【フェリシアン化カリウム】

~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3水和物~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 → 「ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム」の前に移動

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.05mol/L) ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 16.5 g 及び炭酸ナトリウム 22 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.025mol/L) ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 1.65 g 及び炭酸ナトリウム 2.12 g を量り, 水を加えて溶かし, 200mL とする。暗所に 2～3 日間放置した後使用する。

ヘキサデカン, 紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3 (\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$ [544-76-3]

本品 1 ~~mL~~ に ~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタ~~ 紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン を加えて正確に 25 ~~mL~~ とし, 検液とする。 ~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタ~~ 紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン を対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき, 波長 280～400nm において 0.00cm^{-1} 以下である。必要があれば, 液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てん ~~填~~ したカラムを通すか又は蒸留によって精製する。

~~ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル,~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム $\text{Na}_3 [\text{Co} (\text{NO}_2)_6]$ ~~[K8347]~~ [13600-98-1] 【コバルチ亜硝酸ナトリウム】

本品は、黄褐色の粉末で、水に極めて溶けやすい。

鋭敏度 本品 1.0 g に水 20mL を加え, 検液とする。検液 4mL を量り, カリウム標準液 1mL を加え, 水を加えて 10mL にする。更に, エタノール (95) 10mL を加え, 振り混ぜて, 15℃以下で 30 分間放置するとき, 液に濁りが生じる。

☆ ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液 【コバルチ亜硝酸ナトリウム試液】

~~コバルチ亜硝酸ナトリウム~~ ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム 30 g を量り, 水を加えて溶かし, 100 ~~mL~~ とする。用時調製する。

1-ヘキサノール $\text{CH}_3 (\text{CH}_2)_5\text{OH}$ [111-27-3]

本品は、無色透明の液体である。

比重 $d_4^{20}=0.818\sim 0.819$

沸点 157℃

ヘキサヒドロキソアンチモン(V) 酸カリウム $K [Sb(OH)_6]$ ~~[K8778-1980]~~ [12208-13-8]
【ピロアンチモン酸水素カリウム】

本品は、白色の粒又は結晶性の粉末である。~~、~~ 水にやや溶けにくい。

~~確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) の炎色反応を行うとき、炎の色は紫色を呈する。~~

~~(2) (1)の液 20ml に 10%塩化カリウム溶液 10ml を加えるとき、15分以内に沈殿を生じない。~~

~~(3) (1)の液 20ml にアンモニア水数滴と 10%塩化アンモニウム溶液 10ml を加えるとき、15分以内に沈殿を生じない。~~

鋭敏度 本品 1.0 g に水を加えて 100mL としたものを、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。検液 20mL を量り、20°C に保ちながら塩化ナトリウム溶液 (1→10) 0.2mL を加え、10 分間放置するとき、結晶が生じる。

☆ ヘキサヒドロキソアンチモン(V) 酸カリウム試液 【ピロアンチモン酸水素カリウム試液】

~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ ヘキサヒドロキソアンチモン(V) 酸カリウム 2 g を量り、水 100~~ml~~ mL を加え、約 5 分間煮沸した後、速やかに冷却し、水酸化カリウム溶液 (3→20) 10~~ml~~ mL を加え、24 時間放置した後、ろ過する。

~~ヘキサメチルジシラザン~~ 1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン $(C_6H_{14})_3SiNH_2Si(C_6H_{14})_3$ ~~[1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン, K9556]~~ [999-97-3] 【ヘキサメチルジシラザン】

本品は、無〜ほとんど無色の液体である。密栓し、遮光して保存する。

含量 95.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 $3370cm^{-1}$ 、 $2940cm^{-1}$ 、 $1700cm^{-1}$ 、 $1450cm^{-1}$ 、 $1370cm^{-1}$ 、 $1240cm^{-1}$ 、 $1170cm^{-1}$ 、 $1080cm^{-1}$ 、 $1030cm^{-1}$ 及び $890cm^{-1}$ 付近に主な吸収を認める。

密度 (20°C) 0.772~0.776 g/mL

定量法 本品 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザンのピーク面積と総ピーク面積から、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザンの純度を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50°C で注入し、毎分 10°C で 200°C まで昇温し、200°C を 5 分間保持する。

注入口温度 200°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 3.0mL/分

スプリット比 1:45

測定時間 20 分

ヘキサメチレンテトラミン $C_6H_{12}N_4$ [K8847, 特級] [100-97-0]

~~n-ヘキサン~~ ~~ヘキサン~~ を見よ。

ヘキサン C_6H_{14} [K8848, 特級] [110-54-3] 【n-ヘキサン】

ヘキサン (HPLC用) C_6H_{14} [K8848] [110-54-3]

本品は、無色澄明、揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2960cm^{-1} 、 1470cm^{-1} 、 1380cm^{-1} 及び 730cm^{-1} 付近に吸収を認める。

密度 (20℃) $0.658\sim 0.662\text{ g/mL}$ (振動式密度計)

水分 0.01%以下 (20 g, 容量滴定法, 直接滴定)

吸光度 210nm : 0.25 以下, 230nm : 0.04 以下, 240nm : 0.02 以下

本品を水を対照として、それぞれの波長における吸光度を測定するとき、210nm : 0.25 以下, 230nm : 0.04 以下, 240nm : 0.02 以下である。

ヘキサン (残留農薬・PCB試験用) C_6H_{14} [K8825] [110-54-3]

ヘキサン, 紫外吸収スペクトル測定用

蒸留水を対照として本品の吸光度を測定するとき、220nm で 0.10 以下, 260nm で 0.02 以下である。

また 260~350nm で特異な吸収を認めない。

ペクチン (かんきつ類由来) かんきつ類由来のペクチンで、酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン (リンゴ由来) リンゴ由来のペクチンで、酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン酸 (かんきつ類由来) $(C_6H_8O_6)_n$ かんきつ類由来のペクチン酸で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン酸リアーゼ [9015-75-2]

Aspergillus sp. から得たもので、酵素安定剤として グリセロールグリセリン を添加した水溶液製品である。本品の 1 単位は、ポリガラクトツロン酸 を基質として、pH 10.88.0, 40℃ において 1 分間に非還元末端に 4-デオキシ- α -D-ガラクター-4-エンウロン酸残基を持つウロン酸重合体を 1 μmol 脱離する酵素量とする。

ペクチン酸リアーゼ溶液, ペクチン測定用 ペクチン酸リアーゼ 1201400 単位をペクチン測定用トリス緩衝液 (pH7.0) に溶かし、100 mL とする。

ペクチン測定用トリス緩衝液 (pH7.0) トリス緩衝液 (pH7.0), ペクチン測定用を見よ。

ペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液 ペクチン酸リアーゼ溶液, ペクチン測定用を見よ。

ヘスペリジン $C_{28}H_{34}O_{15}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ベタイン 1水和物ベタイン, 定量用 $C_5H_{11}NO_2 \cdot H_2O$ [590-47-6] 【ベタイン 1水和物】

本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを「ベタイン」の参照スペクトルと比較するとき、同一波長 長数 のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品を乾燥し、その約 1 g を量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、検液とする。この検液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの 保持時間の約 2 倍 までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん~~填~~剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 70℃

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約 9 分になるように調整する。

乾燥減量 12.0~14.6% (105℃, 減圧, 3時間)

~~ベタイン, 定量用 ベタイン 1 水和物を見よ。~~

ヘプタン C_7H_{16} [K9701, 特級] [\[142-82-5\]](#)

1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム $C_7H_{15}NaO_3S$ [\[22767-50-6\]](#)

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 98.0%以上

純度試験 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10~~mL~~mL)

乾燥減量 3.0%以下 (1 g, 105℃, 3時間)

定量法 乾燥した本品約 0.4 g を精密に量り, 水 50~~mL~~mL に溶かし, これを, カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂 (425~600 μ m, H型) 10~~mL~~mL を内径 9 mm, 高さ 160mm のクロマトグラフ管に充てん~~填~~したクロマトグラフ柱に入れ, 1 分間に約 4 ~~mL~~mL の速度で流す。次に, クロマトグラフ柱を水 150~~mL~~mL を用いて 1 分間に約 4 ~~mL~~mL の速度で洗う。洗液を先の流出液に合わせ, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 10 滴)。終点は, 液の色が黄色から青色に変わるときとする。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 20.23mg $C_7H_{15}NaO_3S$

~~ペプトン~~

~~微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, カゼイン製~~

~~灰黄色の粉末で, 特異なおいがあるが腐敗臭はない。水に溶けるが, エタノール又はジエチルエーテルに溶けない。~~

~~乾燥減量 7%以下 (0.5 g, 105℃, 恒量)~~

~~強熱残分 15%以下 (0.5 g)~~

~~消化度 本品 1 g を水 10ml に溶かし, 試料溶液とし, 次の試験を行う。~~

- ~~(1) 試料溶液 1 ml をとり, 水/エタノール混液 (1:1) 10ml に酢酸 1 ml を加えた液 0.5ml を層積するとき, 境界面に輪帯又は沈殿を生じない。また, この液を振り混ぜるとき混濁しない。~~
- ~~(2) 試料溶液 1 ml に硫酸亜鉛飽和溶液 4 ml を加えるとき, 少量の沈殿を生じる(プロテオース)。~~
- ~~(3) (2)の混液をろ過し, ろ液 1 ml に水 3 ml 及び臭素試液 4 滴を加えるとき, 液は赤紫色を呈する。~~

~~窒素含量 10%以上 (105℃, 恒量, 乾燥後, 窒素定量法)~~

~~ペプトン, ゼラチン製 微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, ダイズ製 微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, 肉製 微生物試験用に製造したもの。~~

ヘモグロビン (ウシ由来) ウシ由来ヘモグロビンで, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ヘリウム He [\[7440-59-7\]](#)

含量 99.995vol%以上のものを用いる。

ペルオキシダーゼ [9003-99-0]

西洋ワサビから得たもので、赤褐色の粉末である。本品の1単位は、過酸化水素を基質として、pH7.0、25°Cにおいて1分間に1 μ molの水を生成する酵素量とする。

~~ペルオキシニ二硫酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ [K8252]~~

~~ベルトラン試液A 硫酸銅の細かい結晶 40 gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。~~

~~ベルトラン試液B 酒石酸カリウムナトリウム 200g及び水酸化ナトリウム 150 gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとする。ゴム栓をして保存する。~~

~~ベルトラン試液C 硫酸鉄(III) 50 gを量り、水約 500mlを加えて溶かし、硫酸 200mlを徐々に加えて振り混ぜ、冷後、ベルトラン試液Dを液がわずかに赤褐色を呈するまで滴加した後、水を加えて1,000mlとする。~~

~~ベルトラン試液D 過マンガン酸カリウム 5 gを量り、水を加えて溶かし、1,000mlとする。~~

~~標定 シュウ酸アンモニウム 0.25 gを正確に量り、水 100mlを加えて溶かし、硫酸 2mlを加えて60~70°Cに加温した後、この過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、その滴定量を aml とすれば、本液 1 ml は、Cu (0.2238/a) gに対応する。~~

~~ベンジジン $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2$~~

~~本品は、白色又はわずかに紅色を帯びた結晶性粉末で、空气中で光により次第に暗色に変わる。~~

~~確認試験 本品 0.1 gを酢酸 10mlに溶かし、重クロム酸カリウム溶液を加えるとき、深緑色の沈殿を生じる。~~

~~純度試験 融点 127~129°C~~

ベンジルアルコール $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$ [K8854] [100-51-6]

本品は、無色透明な液体で、特異なおいがある。ジエチルエーテルに極めて溶けやすく、水にやや溶けやすい。

含量 99.0%以上

本品 0.5 μ lを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ベンジルアルコールのピーク面積と総ピーク面積から、ベンジルアルコールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 130°C

注入口温度 180°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 30分

ベンジルオキシカルボニル-L-グルタミンリグリシン $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_6$ 酵素活性試験法に適する

ものを用いる。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 180～188℃

乾燥減量 0.5%以下 (0.5 g, 減圧, 乾燥剤 酸化リン, 室温, 16 時間)

5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸 $C_{13}H_{14}N_2O_4$ [5262-10-2]

本品は、白～灰色の結晶性の粉末で、酸性の水に溶けにくい、中性～アルカリ性の水に溶けやすく、ジメチルスルホキシドに溶ける。

融点 242～246℃

純度試験 他のアミノ又はイミノ化合物 本品の溶液 (1→1,000) を検液とし、検液 10 ~~μ~~L につき、対照液を用いず、クロロホルム/メタノール/水/酢酸混液 (32 : 15 : 3 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、30 分間風乾する。これを、あらかじめサラシ粉約 3 g を入れ、塩酸 1 ~~μ~~L を静かに加えて塩素ガスを発生させ、30 秒間密閉して充満させたビーカーの中に入れ、密閉して 20 分間放置する。薄層板を取り出し、10 分間放置し、エタノール (95) を噴霧して風乾した後、ヨウ化カリウム・デンプン試液を噴霧して自然光下で観察するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板は、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

~~ベンジルペニシリンカリウム $C_{16}H_{17}KN_2O_4S$~~

~~日本薬局方ベンジルペニシリンカリウムを用いる。~~

ベンゼン C_6H_6 [K8858, 特級] [71-43-2]

☆ 1,2-ベンゼンジオール $C_6H_4(OH)_2$ ~~[1,2-ベンゼンジオール, K8240]~~ [120-80-9]

【カテコール】

本品は、白～黄褐色の結晶である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 1639 cm^{-1} , 1451 cm^{-1} , 1270 cm^{-1} , 1231 cm^{-1} , 1173 cm^{-1} , 1049 cm^{-1} , 848 cm^{-1} 及び 662 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

凝固点 23～26℃

定量法 本品 1 g を量り、エタノール (99.5) で溶かして 10mL とし、検液とする。検液 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の 1,2-ベンゼンジオールのピーク面積と総ピーク面積 (エタノール (99.5) の面積は除く。) から、1,2-ベンゼンジオールの含量を求めらる。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ約 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 200℃で注入し、毎分 10℃で 250℃まで昇温し、250℃を 15 分間保持する。

注入口温度 250℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.0mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:140

測定時間 20分

☆ α -N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル塩酸塩 $C_{15}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$ [2645-08-1] 【塩酸N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル】

本品は、白色の結晶性の粉末である。

融点 128~133°C

純度試験 本品 0.10 g に水を加えて溶かし、正確に 10 ~~ml~~ mL とし、検液とする。検液 10 ~~ml~~ mL につき、対照液を用いず、1-ブタノール/酢酸/水混液（4:1:1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、30 秒間ヨウ素蒸気中に放置するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

~~ペンタエリスリトール~~ ペンタエリトリトール $C_5H_{12}O_4$ ~~〔K1510〕~~ [115-77-5] 【ペンタエリスリトール】

含量 47~51%

本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は顆粒である。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、ピリジン/無水酢酸混液（9:1）20mL を加え、水浴中で 1 時間加熱して、冷却後、水 1 mL を加え、更に、水浴中で 10 分間加熱し、冷却後、エタノール（95）5 mL を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に同一条件で空試験を行い、補正する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 = 0.017007 g C (CH₂OH)₄

~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物~~ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 $Na_2 [Fe (CN)_5 NO] \cdot 2 H_2 O$ ~~〔ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物、K8722, 特級〕~~ [13755-38-9] 【ニトロプルシドナトリウム、ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物】

☆ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 【ニトロプルシドナトリウム試液】 ~~ニトロプルシドナトリウム~~ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、20 ~~ml~~ mL とする。用時調製する。

ホウ酸 H_3BO_3 〔ほう酸, K8863, 特級〕 [10043-35-3]

ホウ酸緩衝液 (0.02mol/L)

第 1 液: ホウ酸 1.24 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液: 四ホウ酸ナトリウム十水和物 7.63 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

~~ホウ酸緩衝液 (pH9.1) — ホウ酸 4.95 g を水 50ml に溶かし、水酸化カリウム溶液 (7→100) で pH9.1 に調整し、更に水を加えて 100ml とする。(0.8mol/L) —~~

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 ホウ酸 12.36 g 及び水酸化ナトリウム 4.00 g を量り、合わせ、水を加えて溶かして 1,000 ~~ml~~ mL とする。

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) ホウ酸 12.4 g を量り、水を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて

1000mLとする。

~~ホウ酸ナトリウム 四ホウ酸ナトリウム 10 水和物を見よ。~~

~~ホウ酸ナトリウム, pH測定用 四ホウ酸ナトリウム 10 水和物, pH測定用を見よ。~~

ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) 四ホウ酸ナトリウム十水和物 38.1g を量り, 水 600mL を加えて溶かし, 塩酸試液 (1mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液 (0.01mol/L, pH8.5, ポリソルベート含有) 四ホウ酸ナトリウム十水和物 3.8g を量り, 水 800mL を加えて溶かし, ポリソルベート 80 50 μ L を加え, 塩酸試液 (0.5mol/L) で pH8.5 に調整し, 水を加え 1000mL とする。

~~抱水クロラール $\text{CCl}_3\text{CHO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K8869:1961]~~

~~本品は, 無色透明又は白色の結晶で, 刺激性の芳香がある。~~

~~含量 99.5%~101.0%~~

~~本品約 5g を精密に量り, 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50mL を正確に量って加え, 2 分間放置する。0.5mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試薬)。~~

~~1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1mL = 165.4mg $\text{CCl}_3\text{CHO} \cdot \text{H}_2\text{O}$~~

L- α -ホスファチジルイノシトール ナトリウム塩 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ホスホグルコムターゼ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, ウサギ筋肉から得られたものである。本品の 1 単位は, α -D-グルコース-1-リン酸を基質として, pH7.4, 30°C において, 1 分間に 1 μ mol の α -D-グルコース-6-リン酸に変換する酵素量とする。

本品は, 1mL 当たり 2.0~15.0mg のたん白質を含み, たん白質 1mg 当たり 100 単位以上の活性を有する。

本品は 0.01w/v% エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物及び 3.2mol/L 硫酸アンモニウムを含む。

ホスホリパーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち, いずれかを使用する。

① pH5.5 のトリス・マレイン酸緩衝液

② 酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.4mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)

☆ ホスフィン酸 $\text{H}_3\text{P}\text{O}_2$ [~~ホスフィン酸, K8440~~] [6303-21-5] 【次亜リン酸】

本品は, 無〜ごく淡黄色の粘性のある液体で, 密度は約 1.13g/mL である。

含量 30.0~32.0%

定量法 本品約 1.0g を精密に量り, 水を加えて正確に 250mL とする。その 25mL を正確に量り, 300mL の共通すり合わせヨウ素フラスコに入れ, 0.05mol/L 臭素溶液 40mL を正確に加え, 水 100mL 及び硫酸 (1→6) 10mL を加え, 穏やかに振り混ぜた後, 3 時間暗所に放置し, ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20mL を加え, 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに, 指示薬としてデンプン試液 3mL 加え, 終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 = 1.6499mg $\text{H}_3\text{P}\text{O}_2$

没食子酸没食子酸一水和物 $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [~~K8898:1961~~] [149-91-7] 【没食子酸】

含量 98.0~103.0%

本品は, 白〜~~微黄~~白淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→50）5 mLに塩化第二鉄塩化鉄(III)六水和物溶液（1→50）
1-3滴を加えるとき、青黒色の沈殿を生じる暗青色を示す。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0 gを量り、水 20 mLを加え、沸騰させ、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.02%以下

本品 1.0 gに加温した水 45 mLを加えて、かきまぜながら氷冷し、水で 50 mLとする。これをろ過し、初めのろ液 10 mLを除いたろ液 25 mLに塩酸（2→3）0.3 mL、エタノール（95）3 mL及び塩化バリウム二水和物溶液（1→10）2 mLを加えて 30 分間放置したものを検液とする。別に、硫酸イオン標準原液 10 mLを正確に量り、水を加えて正確に 100 mLとし、標準液とする。標準液 10 mLに塩酸（2→3）0.3 mL、水 15 mL、エタノール（95）3 mL及び塩化バリウム二水和物溶液（1→10）2 mLを加えて 30 分間放置したものを比較液とする。検液に生じる白濁は、比較液に生じるものより濃くない。

(3) タニン酸 本品 1.0 gに水 20 mLを加えて良く振り混ぜ、ろ過する。ろ液に1%温ゼラチン溶液ろ過した液に温めたゼラチン溶液（1→100）5～6滴を加えるとき濁らない、微濁する。

乾燥減量 10%8.0～11.0%以下（1 g, 105°C, 2時間）

強熱残分 0.1%以下（1 g）

本品 1 gを白金製のるつぼに量り、硫酸 0.2 mLを加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

定量法 本品 0.3 gを精密に量り、エタノール（中和）50 mL及び水 50 mLを加え、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.813 mg $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})_3\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$

~~ポテトエキス—微生物試験用に製造したもの。~~

ポリエチレングリコール 20M →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ポリエチレングリコール 600 [25322-68-3]

本品は、平均分子量 560～640 のポリエチレングリコールである。

性状 無～微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

確認試験 本品 0.05 g 50 mgを希塩酸 10%塩酸試液 5 mLに溶かし、塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液（12→100）（3→25）1 mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸 n 水和物溶液（1→10）1 mLを加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

~~純度試験—(1)—液性—pH 4.0～7.0（5 g, 水 100 mL, 25°C）~~

~~(2)—粘度（25°C） 100～150 mm²/s~~

本品 200 mLにつき、回転粘度計により測定する。

~~(3)—凝固点 15～25°C~~

純度試験(4) 酸 CH_3COOH として 0.1%以下

本品 10 gを二酸化炭素を含まない水（二酸化炭素除去）50 mLに溶かし、これにフェノールフタレイン溶液 3 滴を加え、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mLは、 CH_3COOH として 0.006005 g 6.005 mgに相当する。

水分 0.3%以下 (2 g, [容量滴定法](#), 直接滴定)

平均分子量 560~640 [無水フタル酸無水物](#) 42 g を [とり量り](#), 新たに蒸留したピリジン 300 [mL](#) を正確に入れた 1 L の遮光した共栓瓶に加え, 強く振り混ぜて溶かした後, 16 時間以上放置する。この液 25 [mL](#) を正確に量り, 約 200 [mL](#) の耐圧共栓瓶に入れ, これに本品約 2.4 g を精密に量って加え, 密栓し, これを丈夫な布で包み, あらかじめ $98 \pm 2^\circ\text{C}$ に加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$ で 30 分間保った後, 水浴から瓶を取り出し, 室温になるまで空気中で放冷する。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 [mL](#) を正確に加え, 更にフェノールフタレイン [Φ](#)・ピリジン溶液 (1 → 100) 5 滴を加え, この液につき, 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし, 滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

平均分子量 = 試料の量 (g) $\times 4,000 / (a - b)$

ただし, a : 空試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 ([mL](#))

b : 試料の試験における 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 ([mL](#))

[ポリエチレングリコール 6000](#) → [5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動](#)

[ポリエチレングリコール 8000](#) $\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$

[酵素活性試験法に適用するものを用いる。](#)

[ポリオキシエチレン \(10\) オクチルフェニルエーテル](#) $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$ 4-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)フェニル-ポリエチレングリコール

[酵素活性試験法に適用するものを用いる。](#)

[ポリオキシエチレン \(10\) オクチルフェニルエーテル試液](#) [ポリオキシエチレン \(10\) オクチルフェニルエーテル](#) 10 g を量り, pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.2 mol/L) に溶かし, 100 mL とする。

[ポリオキシエチレン \(23\) ラウリルエーテル](#) [[9002-92-0](#)]

日本薬局方ラウロマクロゴールを用いる。

[ポリガラクトロン酸ナトリウム塩](#)

[かんきつ類由来で, 酵素活性試験法に適用するものを用いる。](#)

[ポリソルベート 20](#) [[9005-64-5](#)]

主としてモノラウリン酸ソルビタンに酸化エチレンを付加重合して得られる。微黄~黄色の液で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に水 10 [mL](#) 及び水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 10 [mL](#) を加え, 5 分間煮沸した後, [希塩酸-10%塩酸試液](#) を加えて酸性にすると, 油分を分離する。

(2) 本品 5 g を [とり量り](#), 油脂類試験法に準じてけん化した後, エタノールを十分に留去する。これに水 50 [mL](#) を加えて溶かした後, 塩酸酸性 (メチルオレンジ) とし, ジエチルエーテル 30 [mL](#) で 2 回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ, 水 20 [mL](#) ずつで洗液が中性となるまで洗った後, 水浴上でジエチルエーテルを留去し, 残留物の酸価を測定するとき 275~285 である。ただし, けん化には [エタノール製水酸化カリウム試液](#) 3.5 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 50 [mL](#) を用いる。

酸価 4.0 以下

けん化価 43~55 ([油脂類試験法](#))

乾燥減量 3.0%以下 (5 g, 105°C , 1 時間)

強熱残分 本品 [約](#) 3 g を精密に量り, 初めは弱く加熱し, 徐々に赤熱 ($800 \sim 1,200^\circ\text{C}$) して完全に

灰化する。炭化物が残るときは、熱湯を加えて浸出し、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、残留物をろ紙とともに赤熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する。なお、炭化物が残るときは、エタノール (95) 15mLを加え、ガラス棒で炭化物を砕き、エタノールを燃焼させ、更に注意しながら赤熱する。これをデシケーター（シリカゲル）中で放冷した後、質量を精密に量るとき、残分は1.0%以下である。

50%ポリソルベート20 溶液 **50%ポリソルベート 20 試液** ポリソルベート20と水を1：1の重量比で混合し、121℃で15分間高圧蒸気滅菌する。

ポリソルベート 80 [9005-65-6]

日本薬局方ポリソルベート80を用いる。

ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液 酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液、ポリソルベート用を見よ。

ポリビニルアルコール I ($-\text{CH}_2\text{CHOH}-$)

酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加熱するとき、澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度 25.0～31.0mm²/s 本品を乾燥し、その4.00gを量り、水95mLを加え、30分間放置した後、還流冷却器を付け水浴上で2時間かき混ぜながら加熱して溶かす。冷後、水を加えて100.0gとし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第1法によって試験を行う。

pH 本品1.0gを水25mLに溶かした液のpHは5.0～8.0である。

けん化度 98.0～99.0mol% 本品を乾燥し、その約3.0gを精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水100mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 25mLを加え、密栓して2時間放置する。次に硫酸試液 (0.05mol/L) 30mLを加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液3滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。ただし、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量が25mL以上の場合は、試料約2.0gをとる。

44.05A

けん化度 (mol%) = $100 - \frac{\quad}{\quad}$

60.05 - 0.42A

$0.6005 \times (a - b) \times f$

A = $\frac{\quad}{\quad}$

試料の秤取量 (g)

a : 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量 (mL)

b : 空試験における水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量 (mL)

f : 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) のファクター

純度試験 溶状 本品1.0gを水20mLに加え、よくかき混ぜて分散させた後、60～80℃で2時間加温し、冷却するとき、液は無色澄明である。

ポリビニルアルコール II ($-\text{CH}_2\text{CHOH}-$)

酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。

エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加温するとき、澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度 $4.6 \sim 5.4 \text{ mm}^2/\text{s}$ 本品を乾燥し、その 4.00 g を量り、水 95 mL を加え、30 分間放置した後、60～80℃で2時間かき混ぜて溶かす。冷後、水を加えて 100.0 g とし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第1法によって試験を行う。

pH 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 5.0～8.0 である。

けん化度 $86.5 \sim 89.5 \text{ mol}\%$

本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100 mL を加え、2 時間かき混ぜながら加温する。冷後、水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 25 mL を加え、密栓して 2 時間放置する。次に硫酸試液 (0.25 mol/L) 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い補正する。

44.05A

$$\text{けん化度 (mol}\%) = 100 - \frac{60.05 - 0.42A}{3.0025 \times (a - b) f}$$

$$A = \frac{\text{試料の秤取量 (g)}}{\text{試料の秤取量 (g)}}$$

a : 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) の消費量 (mL)

b : 空試験における水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) の消費量 (mL)

f : 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) のファクター

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加え、よくかき混ぜて分散させた後、水浴上で 2 時間加熱し、冷却するとき、液は無色澄明である。

ポリビニルアルコール I 試液 ポリビニルアルコール I 20 g を量り、水 800 mL を加え、かき混ぜながら 75～80℃で約 1 時間加熱して溶かす。冷後、必要ならばろ過し、水を加えて 1000 mL とする。

ポリビニルアルコール I ・ポリビニルアルコール II 試液 ポリビニルアルコール I 18 g 及びポリビニルアルコール II 2 g を量り、水 800 mL を加え、かき混ぜながら 75～80℃で約 1 時間加熱して溶かす。冷後、必要ならばろ過し、水を加えて 1000 mL とする。

ポリフェノールオキシダーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

① pH4.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L)

② pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L)

③ pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (1 mol/L)

ε-ポリリシン塩酸塩、定量用 [26124-78-7]

本品は、白～淡黄色の粉末である。

確認試験 本品 0.1 g をリン酸緩衝液 (pH6.8) 100 μL に溶かした液 1 μL にメチルオレンジ試液 1 μL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生ずる。

純度試験 類縁物質 本品 ~~0.015 g~~ 15 mg を量り、移動相と同一組成の液 100 μL に溶かし、検液とする。この液 2 μL を正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100 μL とし、比較液とする。検液及び比較液それぞれを 100 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液の主ピーク

ク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約2倍までとする。
操作条件 「ε-ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

~~ホルマリンホルムアルデヒド液を見よ。~~

~~ホルマリンホルムアルデヒド液・硫酸試液~~ → 「マグネシア試液」の前に移動

2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウム $C_7H_5O_5SNa$ [119557-97-0]

本品は、白～うすい褐色の粉末である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (335～341nmの極大吸収部) = 286以上

本品約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に100mLとし、A液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に50mLとした液は、波長226～231nm, 288～294nm及び335～341nmに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長226～231nm, 288～294nm及び335～341nmの極大吸収部における吸光度 A_B を測定し、次式により比吸光度を求める。

5 100

$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{\text{試料の採取量}} \times \frac{100 - \text{水分}(\%)}{100}$

試料の採取量 100-水分 (%)

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品5mgを酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして25mLとし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 285nm)

カラム充填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相A リン酸・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液

移動相B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (70 : 30) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を20分間行い、A : B (40 : 60) で10分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム $C_7H_5O_4SNa$ [1008-72-6]

本品は、白～うすい褐色の結晶、粉末又は塊である。

比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (249～255nmの極大吸収部) = 396～484

本品約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かし正確に100mLとし、A液とする。A液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に50mL

とした液は、波長 249～255nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 249～255nm の極大吸収部における吸光度 A_B を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、移動相を加えて 50mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 20 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～25 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 252nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 リン酸・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル(HPLC用)

混液 (75 : 25)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (50mg, 135 $^{\circ}$ C, 6時間)

ホルムアルデヒド液 HCHO [K8872, 特級] [50-00-0] 【ホルマリン】

☆~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液・硫酸試液 【ホルマリン・硫酸試液】 ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液 0.2~~mL~~mL を量り、硫酸 10~~mL~~mL を加えて混和する。用時調製する。

マグネシア試液 ~~塩化マグネシウム~~塩化マグネシウム六水和物 5.5 g 及び塩化アンモニウム 7 g を量り、合わせ、水 65~~mL~~mL を加えて溶かし、アンモニア試液 35~~mL~~mL を加え、密栓して数日間放置した後、ろ過する。液が澄明でない場合は、用時ろ過する。

マグネシア試液 (赤リン定量用) 塩化マグネシウム六水和物 50 g に塩化アンモニウム 100 g 及び水 800mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、液が濃赤色になるまでアンモニア水 (2 \rightarrow 5) を加え、2 昼夜放置する。その液をろ過し、ろ液に水を加えて 1000mL とする塩酸 (1 \rightarrow 11) を用いて、液の pH を 6～7 に調整する。

マグネシウム粉末 Mg [K8876, 特級] [7439-95-4] 【マグネシウム末】

~~マグネシウム末~~ マグネシウム粉末を見よ。

マッキルバイン緩衝液

第 1 液 : クエン酸一水和物 21.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液 : リン酸水素二ナトリウム 28.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マッキルバイン緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液 : リン酸水素二ナトリウム・12 水 35.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マッキルバイン緩衝液 (0.02mol/L)

第1液：クエン酸一水和物 4.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム 5.7 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マラカイトグリーンシュウ酸塩 $C_{52}H_{54}N_4O_{12}$ [マラカイトグリーン (しゅう酸塩), K8878, 特級] [2437-29-8]

D (+) -マルトース一水和物 $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~マルトール, 定量用 「マルトール」 1 g, 水 10mL 及び活性炭 1 g の割合で量り、ビーカーに入れ、95°C に加熱して溶かし、熱時ろ過した後、ろ液を 10°C に冷却し、析出した結晶をろ取する。再結晶品について同様の操作を繰り返した後、得られた再々結晶品を 1.3kPa 以下の減圧下、40°C で 8 時間乾燥する。~~

マルトテトラオース $C_{24}H_{42}O_{21}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

マルトトリオース $C_{18}H_{32}O_{16}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

マルトペンタオース $C_{30}H_{52}O_{26}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

マレイン酸 $HOOCCH:CHCOOH$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

マレイン酸試液 (0.05mol/L, pH5.6) マレイン酸 6.7 g, 塩化ナトリウム 2.92 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り、水を加えて溶かし、pH5.6 に調整後、更に水を加え 1000mL とする。

マレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液 マレイン酸 23.2 g を量り、水 800mL を加えて溶かし、硫酸マグネシウム七水和物 4.9 g 及び塩化コバルト (II) 試液 (0.1mol/L) 10mL を加え溶かした後、水酸化ナトリウム溶液 (8→25) で pH6.9 に調整し、水を加え 1000mL とする。

D-マンニトール D (-) -マンニトール $C_6H_{14}O_6$ [K8882, 特級] [69-65-8]

D-マンニトール, 定量用 「D-マンニトール」 40 g を量り、300mL のフラスコに入れ、水 100mL を加え、水浴中 で加熱して溶かした後、40°C に冷却する。次にこの液を 300mL のビーカーに移し、「D-マンニトール」 0.020 g-20mg を加え、混和し、24 時間静置する。析出した結晶を吸引ろ過し、冷水 10mL で洗う。得られた再結晶品を 105°C で 4 時間減圧乾燥する。

水 (二酸化炭素除去) 次の 1)~4) のいずれか、又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い、使用時に調製する。

1) 水をフラスコに入れ、加熱し、沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め、フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に、ガス洗浄瓶に水酸化カリウム溶液 (1→4) を入れたもの、又はソーダ石灰管を連結して空気中の二酸化炭素を遮り、冷却したもの。

2) 水をフラスコに入れ、水の中に窒素を 15 分間以上通じたもの。

3) 二酸化炭素分離膜を持つガス分離管を用いて水から二酸化炭素を除いたもの。

4) 18MΩ・cm 以上の抵抗率のある脱イオン化された水を、窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。ただし、採水後速やかに用いる。

水 (溶存酸素除去) 次の 1)~5) のいずれか、又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い、使用時に調製する。

1) 水をフラスコに入れ、加熱し、沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め、

フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に、ガス洗淨瓶にピロガロール・水酸化ナトリウム試液を入れたものを連結するなどして空気中の酸素を遮り、冷却したもの。

2) 水をフラスコに入れ、水の中に窒素を 15 分間以上通じたもの。

3) 酸素分離膜を持つガス分離管を用いて水から溶存酸素を除いたもの。

4) 水を超音波振動装置で十分に脱気を行ったもの。

5) 18MΩ・cm 以上の抵抗率のある脱イオン化された水を、窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。ただし、採水後速やかに用いる。

ミリシトリン、定量用 $C_{21}H_{20}O_{12}$ ~~$\rightarrow nH_2O$~~ [17912-87-7]

本品は、淡灰黄～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $1_{\neq}660\text{cm}^{-1}$, $1_{\neq}605\text{cm}^{-1}$, $1_{\neq}345\text{cm}^{-1}$, $1_{\neq}200\text{cm}^{-1}$ 及び 970cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

~~純度試験 (1)~~ 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (354nm 付近の極大吸収部) = 340 以上

減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

~~純度試験 (2)~~ 類縁物質 本品 ~~0.05g~~ 50mg をメタノール 25mL に溶かす。この液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル/リン酸混液 (800:200:1) を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に検液 1 mL を正確に量り、メタノール 5 mL を加えた後、水/アセトニトリル/リン酸混液 (800:200:1) を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「ヤマモモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

~~無アルデヒドエタノール~~ エタノール、~~無アルデヒド~~を見よ。

~~無水亜硫酸ナトリウム~~ 亜硫酸ナトリウム、~~無水~~を見よ。

~~無水エタノール~~ エタノール、~~無水~~を見よ。

~~無水オクテニルコハク酸~~ オクテニルコハク酸無水物 → 「オスミウム酸」の前に移動

~~無水クロロホルム~~ クロロホルム、~~無水~~を見よ。

無水酢酸 $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ [K8886, 特級] [108-24-7]

~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム、~~無水~~を見よ。

無水酢酸・ピリジン試液 無水酢酸 25 g を量り、~~無水ピリジン~~ ピリジン (無水) を加えて 100mL とする。用時調製する。

~~無水炭酸カリウム~~ 炭酸カリウム、~~無水~~を見よ。

~~無水炭酸ナトリウム~~ 炭酸ナトリウム、~~無水~~を見よ。

~~無水ピリジン~~ ピリジン、~~無水~~を見よ。

~~無水フタル酸無水物~~ → 「t-ブチルアルコール」の前に移動

~~無水硫酸銅~~ 硫酸銅、~~無水~~を見よ。

~~無水硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム、~~無水~~を見よ。

~~無水リン酸二ナトリウム~~ ~~リン酸二ナトリウム~~、無水を見よ。

ムタロターゼ [9031-76-9]

本品は、ブタ腎臓から得られたもので、白色の50% ~~グリセロール~~ グリセリン懸濁液である。本品の1単位は、 α -D-グルコースを基質として、pH7.2、25°Cにおいて1分間に1 μ molの β -D-グルコースを生成する酵素量とする。

~~無ヒ素亜鉛~~ ~~ヒ素分析用亜鉛~~ → 「ビタミンA 測定用イソプロピルアルコール」の前に移動

~~無ヒ素塩酸~~ ~~塩酸~~、無ヒ素を見よ。

ムレキシド $C_8H_8N_6O_6$ [3051-09-0]

赤紫色の粉末で、水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

吸光度 本品10mgを量り、水を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長522nm付近に極大吸収部があり、その吸光度は0.35以上である。

乾燥減量 2.0%以下(105°C, 恒量)

ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 ムレキシド0.1gと塩化ナトリウム10gを混ぜ、均質になるまですりつぶして調製する。遮光して保存する。

~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~ ~~過ヨウ素酸ナトリウム~~ → 「過ヨウ素酸ナトリウム試液」の前に移動

~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液~~ ~~過ヨウ素酸ナトリウム試液~~ → 「過ヨウ素酸ナトリウム試液, グリセリン用」の前に移動

メタノール CH_3OH [K8891, 特級] [67-56-1]

メタノール (HPLC用)

本品は、無色澄明、揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数2950 cm^{-1} 、2830 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1030 cm^{-1} 及び660 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

密度(20°C) 0.789~0.792g/mL(振動式密度計)

水分0.05%以下(10g 電量滴定)

吸光度 210nm: 0.25以下, 230nm: 0.04以下, 240nm: 0.02以下

本品を水を対照として、吸収セル10mmを用い、それぞれの波長における吸光度を測定するとき、210nm: 0.60以下, 230nm: 0.15以下, 240nm: 0.06以下, 260~400nm: 0.01以下である。

~~メタノール, カルボニル基除去~~ ~~メタノール500mLにジラール試薬P 5gと塩酸0.2mLを加え、2時間還流する。短いヴィグリュウカラムを用いて蒸留した後、ガラス瓶に密栓し保管する。~~

メタノール, 水分測定用 CH_3OH メタノール1000mLに乾燥用合成ゼオライト30gを加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約8時間放置し、更に約16時間静置後、澄明なメタノールを分取する。湿気を避けて保存する。本品1mL中の水分は0.1mg以下とする。水分測定用試液に含まれる成分(二酸化硫黄、ピリジンなど)を含むものを用いてもよい。

~~5%メタノール含有~~ ~~1, 2-ジメトキシエタン試液~~ メタノール5mLを量り、1, 2-ジメトキシエタンを加えて100mLとする。冷蔵保存するとき、少なくとも3か月間は安定である。

~~メタノール製35%水酸化カリウム試液~~ ~~35%水酸化カリウム試液~~、~~メタノール製を見よ。~~

~~メタノール製5%水酸化ナトリウム試液~~ ~~5%水酸化ナトリウム試液~~、~~メタノール製を見よ。~~

~~メタバナジン酸アンモニウム~~ ~~バナジン(V)酸アンモニウム~~を見よ。

メタリン酸 HPO_3 ~~〔メタリン酸, K8890〕~~ [37267-86-0]

含量 本品は、メタリン酸として 32.0%以上を含む。

本品は、白色の塊状で、潮解性がある。

確認試験 本品 0.5 g に水 50 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 mL をアンモニア水 (2→5) で中和し、硝酸銀溶液 (1→50) 5 mL を加えるとき、白の沈殿が生じる。また、検液 10 mL にアルブミン試液 10 mL を加えるとき、白のにかわ状の沈殿が生じる。

純度試験 過マンガン酸還元性物質 共通すり合わせ平底試験管に、本品 2.0 g を量り、水 10 mL、硫酸 (1→16) 5 mL 及び 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.1 mL を加え、振り混ぜ、熱板上又は水浴上で 5 分間加熱し、検液とする。白の背景を用いて、検液から得られた液を共通すり合わせ平底試験管の上方又は側方から観察すると、液が赤色を保つ (H_3PO_3 として約 0.02% 以下)。

定量法 本品約 6 g を精密に量り、水 75 mL を加えて溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 79.98 mg HPO_3

メタンスルホン酸 CH_4O_3S [75-75-2]

本品は、無〜うすい黄褐色の澄明な液体である。

含量 本品は、メタンスルホン酸 98.0%以上を含む。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、水 40 mL に混和し、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 2 滴)。別に空試験を行い補正する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 96.11 mg CH_4O_3S

2-メチルアミノピリジン $C_6H_8N_2$ [4597-87-9]

淡黄色の液体である。

比重 $d_4^{20} = 1.050 \sim 1.065$

沸点 200~202°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下である。

2-メチルアミノピリジン、水分測定用 2-メチルアミノピリジンをそのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。

水分 本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

~~メチルイエロー=メチルエロー → 「メチルエチルケトン」の前に移動~~

メチルイエロー試液 ~~メチルイエロー=メチルエロー~~ 0.10 g を量り、エタノール (95) 200 mL に溶かす。

~~メチルイソブチルケトン 4-メチル-2-ペンタノンを見よ。~~

2-メチルイミダゾール $C_4H_6N_2$ [693-98-1]

本品は、白〜淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。水、エタノール (95)、酢酸エチル、アセトンに溶け、吸湿性がある。

含量 本品は、2-メチルイミダゾール ($C_4H_6N_2$) 98%以上を含む。

沸点 267~268°C

融点 142~145°C

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、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 1 mL=8.211mg C₄H₆N₂

4-メチルイミダゾール C₄H₆N₂ [822-36-6]

本品は、淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。水、エタノール (95)、アセトン又はクロロホルムに溶けやすく、吸湿性がある。

含量 本品は、4-メチルイミダゾール (C₄H₆N₂) 97%以上を含む。

沸点 262~264℃

融点 46~48℃

定量法 本品約 0.2g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL 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、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 1 mL=8.211mg C₄H₆N₂

☆メチルエロー C₁₄H₁₅N₃ [~~メチルエロー~~, K8494, 特級] [60-11-7]

~~メチルエチルケトン-2-ブタノンを見よ。~~

メチルオレンジ C₁₄H₁₄N₃NaO₃S [K8893, 特級] [547-58-0]

メチルオレンジ・インジゴカルミン試液 メチルオレンジ 0.1g 及びインジゴカルミン 0.25g を量り、合わせ、水を加えて 100 mL とする。遮光して保存し、調製後 15 日以内に使用する。

メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 メチルオレンジ 1g 及びキシレンシアノール F F 1.4g を量り、合わせ、50vol%エタノール 500 mL を加えて溶かす。

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1g を量り、水 100 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

α-メチル-D (+)-グルコシド C₇H₁₄O₆ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

メチルシリコーンポリマー →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン C₁₀H₁₀N₂O [K9548, 特級] [89-25-8] [1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン]

3-メチル-1-ブタノール (CH₃)₂CHCH₂CH₂OH [K8051, 特級] [123-51-3] [アミルアルコール, イソ, イソアミルアルコール]

2-メチル-1-プロパノール (CH₃)₂CHCH₂OH [K8811, 特級] [78-83-1]

☆2-メチル-2-プロパノール (CH₃)₃COH [~~K8813~~] [75-65-0] [tert-ブタノール]

本品は、白色の塊である。融解すると無色透明な液体で、特異なおいがある。水及びジエチルエーテルに極めて溶けやすい。

含量 99.0%以上

定量法 本品 0.5μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。2-メチル-2-プロパノールのピーク面積と総ピーク面積から、2-メチル-2-プロパノールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80℃

注入口温度 130℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 30分

4-メチル-2-ペンタノン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ [K8903, 特級] [108-10-1] **【メチルイソブチルケトン】**

メチルレッド $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$ [K8896, 特級] [493-52-7]

メチルレッド試液 メチルレッド0.1gを量り, エタノール (95) 100~~mL~~mLを加えて溶かし, 必要があればろ過する。

メチルレッド・メチレンブルー混合試液 メチルレッド試液及びメチレンブルー試液の等容量を混和する。

メチレンブルー $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S} \cdot \text{Cl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [K8897, 特級] [7220-79-3]

メチレンブルー試液 メチレンブルー0.1gを量り, エタノール (95) 100~~mL~~mLを加えて溶かし, 必要があればろ過する。

~~メチレンブルー試液, 希0.001w/v%メチレンブルー試液~~ **【希メチレンブルー試液, メチレンブルー試液, 希】** メチレンブルー試液1~~mL~~mLを量り, 水を加えて100~~mL~~mLとする。

2-メトキシエタノール $\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [K8895, 特級] [109-86-4] **【エチレングリコールモノメチルエーテル】**

1-メトキシ-2-プロパノール $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_2$ [107-98-2]

本品は, 無色澄明の液体である。

比重 $d_{20}^{20}=0.920\sim 0.925$

屈折率 1.402~1.405

水分 0.5%以下 (0.1g, 電量滴定法)

4-メトキシベンズアルデヒド $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$ [123-11-5] **【*p*-アニスアルデヒド】**

本品は, 無~淡黄色澄明の液で, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し, 水にはほとんど溶けない。

含量 97.0%以上

比重 $d_4^{20}=1.123\sim 1.129$

定量法 本品約0.8gを精密に量り, ヒドロキシルアミン試液 7-5~~mL~~mLを正確に加え, よく振り混ぜて, 30分間放置した後, 0.5mol/L塩酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液3滴)。ただし, 滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.5mol/L塩酸 1~~mL~~mL=68.08mg $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2$

0.5%4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液 **【0.5% *p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液】** 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5~~mL~~mLと酢酸エチル 99.5~~mL~~mLを混合して調製する。

4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 **【*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液】** エタノール (95) 9~~mL~~mLにを量り, 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5~~mL~~mL及び硫酸 0.5~~mL~~mLを加え, よく混和する。

2-メトキシ-5-メチルアニリン $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}$ [120-71-8] **【*p*-クレシジン】**

本品は, 白~灰色の結晶性の粉末で, 水に溶けにくく, メタノール及びエタノール (95) に溶ける。

確認試験 (1) 本品をメタノール/~~0.01mol/L~~~~酢酸アンモニウム~~酢酸アンモニウム試液(0.01mol/L) 混液(1:1)を加えて溶解した液は、波長290nm付近に極大吸収部がある。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき、波数 $3,410\text{cm}^{-1}$, $2,950\text{cm}^{-1}$, $1,630\text{cm}^{-1}$, $1,520\text{cm}^{-1}$, $1,230\text{cm}^{-1}$, $1,030\text{cm}^{-1}$ 及び 780cm^{-1} ~~のそれ~~ぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 47~54°C

メナキノン-4, 定量用 $\text{C}_{31}\text{H}_{40}\text{O}_2$ [863-61-6]

本品は、黄色の粉末又は結晶性の粉末である。

融点 36.0~38.0°C

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (0.10g, ヘキサン1 ~~mL~~mL)

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品0.1gを量り、2-プロパノール50 ~~mL~~mLに溶かし、更に~~無水エタノール~~エタノール(99.5)を加えて正確に100 ~~mL~~mLとする。この液10 ~~mL~~mLを正確に量り、~~無水エタノール~~エタノール(99.5)を加えて正確に100 ~~mL~~mLとする。この液2 ~~mL~~mLを正確に量り、2-プロパノール4 ~~mL~~mLを正確に加えて、検液とする。検液2 ~~mL~~mLを正確に量り、2-プロパノール/エタノール(95)混液(2:1)を加えて、正確に100 ~~mL~~mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ20 ~~µL~~µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「メナキノン(抽出物)」の定量法の操作条件を準用する。

メリビオース $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ 6-O- α -D-ガラクトピラノシル-D-グルコース
酵素活性試験法に適するものを用いる。

2-メルカプトエタノール $\text{HSCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ [60-24-2]

本品は、無色澄明の液体である。

比重 $d_4^{20}=1.112\sim 1.117$

モグロシドV, 定量用 $\text{C}_{60}\text{H}_{102}\text{O}_{29}$ [88901-36-4]

本品は、白~淡黄色の粉末で、味は甘い。

確認試験 本品を105°Cで2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により試験を行うとき、波数 $3,430\text{cm}^{-1}$, $2,930\text{cm}^{-1}$, $1,634\text{cm}^{-1}$, $1,383\text{cm}^{-1}$, $1,170\text{cm}^{-1}$, $1,075\text{cm}^{-1}$ 及び $1,038\text{cm}^{-1}$ ~~のそれぞれの~~付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品5mgをアセトニトリル/水混液(74:26)1 ~~mL~~mLに溶かし、検液とする。この液0.5 ~~mL~~mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(74:26)を加えて正確に10 ~~mL~~mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ5 ~~µL~~µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

モノグルコシルヘスペリジン, 定量用 $\text{C}_{34}\text{H}_{44}\text{O}_{20}$

本品は、淡黄~黄褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgを水10 ~~mL~~mLに溶かし、~~希塩化鉄(III)試液~~0.2w/v%塩化鉄(III)

試液 1～2滴を加えるとき、液は褐色を呈する。

(2) 本品 ~~0.01g~~ 10mg を水 ~~500mL~~ に溶かした液は、波長 280～286nm に極大吸収部がある。

乾燥減量 6.0%以下 (2.7kPa 以下, 120°C, 2時間)

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り、水／アセトニトリル／酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) に溶かして正確に ~~200mL~~ 200mL とし、検液とする。検液 ~~1 mL~~ 1 mL を正確に量り、水／アセトニトリル／酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) に溶かして正確に ~~50mL~~ 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ ~~10μL~~ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「酵素処理ヘスペリジン」の定量法の操作条件を準用する。

モノグルコシルルチン

本品は、黄～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品約 10mg を水／アセトニトリル／リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) に溶かして 10mL とし、検液とする。別に定量用ルチン約 10mg を量り、少量のメタノールに溶かした後、水／アセトニトリル／リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) を加えて 10mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10μL につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液の主ピークの保持時間は標準液のルチンのピークの保持時間より早い。また、このピークの測定波長 200～400nm の吸収スペクトルを標準液のルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験の検液 10μL につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、65.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。

~~モリブデン酸アンモニウム~~ ~~七モリブデン酸六アンモニウム 4 水和物を見よ。~~

モリブデン酸アンモニウム試液 ~~三酸化モリブデン~~ 酸化モリブデン (VI) の粉末 6.5 g を量り、水 ~~14mL~~ 14mL 及びアンモニア水 (28) ~~14.5mL~~ 14.5mL の混液を加えて溶かす。この液を冷却し、硝酸 ~~32mL~~ 32mL 及び水 ~~40mL~~ 40mL の冷混液にかき混ぜながら徐々に加え、48 時間放置した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。本液は、長期の保存に耐えない。本液 ~~5 mL~~ 5 mL を量り、リン酸二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム・12 水 溶液 (1→8) ~~2 mL~~ 2 mL を加えるとき、直ちに、又はわずかに加温した後、多量の黄色沈殿を生じなければ、この液は、使用できない。遮光して保存する。沈殿が生じた場合は、上澄液を用いる。

~~モリブデン酸アンモニウム試液、加工デンプン用~~ 七モリブデン酸六アンモニウム試液、加工デンプン用 →「ナフタレン」の前に移動

~~モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液~~ ~~モリブデン酸アンモニウム 18.8 g を量り、水 300mL を加えて溶かし、硫酸 150mL を加え、更に水を加えて 500mL とする。~~

モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 (フィターゼ活性試験用) 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 溶液 (3→250) 100mL, 硫酸 (3→20) 100mL 及びアセトン 200mL を混和し、直ちに水中で冷却する。用時調製する。

モリブデン酸アンモニウム・硫酸鉄 (II) 試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 10 g を量り、

水 800mL を加えて溶かし、硫酸 32mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。別に、硫酸鉄 (II) 七水和物 7.32 g を量り、この液を加えて溶かし 100mL とする。用時調製する。

~~モリブデン酸ナトリウム—モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

~~モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物~~ モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物, K8906, 特級] [10102-40-6] 【モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物, モリブデン酸ナトリウム】

2- (N-モルホリノ) エタンスルホン酸 n 水和物 $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_4\text{S} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

3- (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸 $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NO}_4\text{S}$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

モルホリン $\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$ [110-91-8]

本品は、塩基性の無色の液体で、アンモニアのようににおいがあり、水に溶ける。

屈折率 $n_D^{20} = 1.452 \sim 1.457$

比重 $d_4^{20} = 0.998 \sim 1.005$

遊離脂肪酸測定用試液 A アシル-CoA シンセターゼ (微生物由来), コエンザイム A (微生物由来), アデノシン 5' -三リン酸二ナトリウム三水和物 (微生物由来), 4-アミノアンチピリン, アスコルビン酸オキシダーゼ (カボチャ由来) 及びリン酸緩衝液 (pH7.0) を含む遊離脂肪酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

遊離脂肪酸測定用試液 B アシル-CoA オキシダーゼ (微生物由来), ペルオキシダーゼ (西洋ワサビ由来), 3-メチル-N-エチル-N- (2-ヒドロキシエチル) -アニリンを含む遊離脂肪酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ユッカフォーム抽出物用薄層板—薄層板, ユッカフォーム抽出物用を見よ。~~

~~陽イオン交換樹脂, 強酸性~~ 強酸性陽イオン交換樹脂 → 「強酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用」の前に移動

~~陽イオン交換樹脂, 強酸性 (微粒)~~ 強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒) → 「強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体」の前に移動

~~陽イオン交換樹脂, 弱酸性 (微粒)~~ 弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒) → 「臭化カリウム」の前に移動

ヨウ化亜鉛・デンプン試液 水 100mL を煮沸し、これにヨウ化カリウム溶液 (3→20) 5mL 及び塩化亜鉛溶液 (1→5) 10mL を加え、煮沸しながら、あらかじめデンプン (溶性) 5 g を量り、冷水 30mL を加えて均一に懸濁した液をかき混ぜながら加え、更に 2 分間煮沸した後冷却する。密栓して冷所に保存する。

~~溶解アセチレン— C_2H_2 —[K1902]~~

ヨウ化イソプロピル, 定量用 $\text{C}_3\text{H}_7\text{I}$ [75-30-9]

無色澄明の液で、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95), ジエチルエーテル又は石油ベンジンと混和し、水と混和しない。蒸留して 89.0~89.5°C の留分を用いる。

含量 本品は、ヨウ化イソプロピル ($\text{C}_3\text{H}_7\text{I}$) 98.0% 以上を含む。

比重 $d_4^{20} = 1.700 \sim 1.710$

純度試験 本品 1μL につき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面

積百分率法によりヨウ化イソプロピルの量を求めるとき、99.8%以上である。ただし、検出感度は本品 1 ~~ml~~ から得たヨウ化イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約 80%になるように調整する。

定量法 褐色メスフラスコにエタノール (95) 10 ~~ml~~ を入れ、その質量を精密に量り、これに本品 1 ~~ml~~ を加え再び精密に量る。次にエタノール (95) を加えて正確に 100 ~~ml~~ とし、その 20 ~~ml~~ を褐色メスフラスコに正確に量り、0.1mol/L 硝酸銀溶液 50 ~~ml~~ を正確に加え、更に硝酸 2 ~~ml~~ を加えて栓をし、2 時間暗所で時々振り混ぜた後、暗所で一夜放置する。次に 2 時間時々振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 ~~ml~~ とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20 ~~ml~~ を除き、次のろ液 50 ~~ml~~ を正確に量り、過量の硝酸銀を 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 ~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 2 ~~ml~~)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 ~~ml~~ = 17.00mg C₃H₇I

ヨウ化カリウム KI [よう化カリウム, K8913, 特級] [7681-11-0]

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム 16.5 g を量り、水を加えて溶かし、100 ~~ml~~ とする。遮光して保存する。

ヨウ化カリウム試液 (β-アミラーゼ・インペルターゼ活性試験用) ヨウ化カリウム 30 g を量り、水 70 mL を加えて溶かす。用時調製する。

50w/v%ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム 50 g を量り、水を加えて溶かし 100 mL とし、水酸化ナトリウム溶液 (1→2) を 2 滴加える。

ヨウ化カリウム・デンプン紙 新たに調製したヨウ化カリウム・デンプン試液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥する。共栓瓶に入れ、光及び湿気を避けて保存する。

ヨウ化カリウム・デンプン試液 デンプン (溶性) 0.5 g を量り、水 50~60 ~~ml~~ を加え、加熱して溶かし、ヨウ化カリウム 0.5 g 及び水を加えて溶かして 100 ~~ml~~ とする。

~~ヨウ化水銀カリウム試液 塩化水銀 (II) 1.358 g を量り、水 60 ml を加えて溶かし、ヨウ化カリウム溶液 (1→2) 10 ml を加え、水を加えて 100 ml とする。~~

ヨウ化水素酸 HI [よう化水素酸, K8917, 特級] [10034-85-2]

ヨウ化ナトリウム NaI ~~[よう化ナトリウム, K8918 : 1004]~~ [7681-82-5]

本品は、白色の結晶性の粉末で、潮解性がある。

含量 本品を乾燥したものは、ヨウ化ナトリウム (NaI) 99.5%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→200) を無色炎中で熱するとき、炎の色は黄色を呈する。

乾燥減量 0.5%以下 (110℃, 2 時間)

定量法 乾燥した本品約 0.5 g を精密に量り、300 ~~ml~~ の共栓フラスコに入れ、水 25 ~~ml~~ を加えて溶かし、5℃以下に冷却する。5℃以下に冷却した塩酸 35 ~~ml~~ 及びクロロホルム 5 ~~ml~~ を加えて、~~真よく~~ 振りながら 0.05mol/L ヨウ素酸カリウム溶液で滴定する。水層のヨウ素の色が消えるまで滴定し、栓をして激しく振る。次に 1 滴加えるたびに激しく振り混ぜ、クロロホルム層の紫色が完全に脱色した点を終点とする。

0.05mol/L ヨウ素酸カリウム溶液 1 ~~ml~~ = 14.99mg NaI

~~ヨウ化メチル, 定量用~~ ヨードメタン, 定量用 CH₃I [K8919, 特級] [74-88-4] 【定量用ヨウ化メチル, ヨウ化メチル, 定量用】

本品は、無色透明の液で、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95) 又はジエチ

ルエーテルと混和し、水にやや溶けにくい。蒸留して42.2~42.6°Cの留分をとる。

含量 本品は、ヨウ化メチル (CH₃I) 98.0%以上を含む。

比重 d_{25}^{25} = 2.27~2.28

純度試験 本品1 ~~μ~~μLにつき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりヨウ化メチルの量を求めるとき、99.8%以上である。ただし、検出感度は本品1 ~~μ~~μLから得たヨウ化メチルのピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する。

定量法 定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し、試験を行う。

0.1mol/L硝酸銀溶液1 ~~μ~~μL = 14.19mg CH₃I

溶性デンプン試液 可溶性デンプン1gを量り、冷水10mLとよくすり混ぜ、これを熱湯90mLに絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み、3分間穏やかに沸騰させ、冷却する。用時調製する。

ヨウ素 I₂ [よう素, K8920, 特級] [7553-56-2]

ヨウ素酸カリウム KIO₃ [よう素酸カリウム, K8922, 特級] [7758-05-6]

ヨウ素酸カリウム (標準試薬標準物質) KIO₃ [容量分析用標準物質, よう素酸カリウム, K8005] [7758-05-6] 【ヨウ素酸カリウム (標準試薬)】

J I S K8005の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

ヨウ素酸カリウム試液 ~~ヨウ素酸カリウム (標準試薬)~~ヨウ素酸カリウム (標準物質) 7.1gを量り、水を加えて溶かし、1,000~~μ~~μLとする。遮光して保存する。

ヨウ素酸カリウム試液 (0.05mol/L) ヨウ素酸カリウム1.07gを量り、水を加えて溶かし、100mLとする。遮光して保存する。

ヨウ素試液 ヨウ素14gを量り、ヨウ化カリウム溶液(2→5)100~~μ~~μLを加えて溶かし、塩酸(1→4)1 ~~μ~~μL及び水を加えて1,000~~μ~~μLとする。遮光して保存する。

ヨウ素試液 (2.75mmol/L) ヨウ化カリウム20.0g及びヨウ素7.0gを量り、水50mLを加えて溶かし、10%塩酸試液0.5mL及び水を加えて500mLとする。この液に水を加えて20倍容量に薄める。

ヨウ素試液 (0.005mol/L) 0.05mol/Lヨウ素溶液に水を加えて10倍容量に薄める。

ヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) ヨウ化カリウム8.30g及びヨウ素0.635gを量り、水を加えて溶かし100mLとした液と塩酸(1→120)を容量比2:8に混和する。遮光して保存する。

ヨウ素試液 (α-グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) ヨウ化カリウム26gを量り、水を加えて溶かし、更にヨウ素2.6gを加えて溶かし、水を加えて100mLとする。この液0.5mLと塩酸試液(1mol/L)2mLを混和し、水を加えて260mLとする。

~~ヨウ素・四塩化炭素試液 ヨウ素12.5gを量り、四塩化炭素1,000mlを加えて一夜放置して溶かす。~~

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 ヨウ素0.5g及びヨウ化カリウム1.5gを量り、水25~~μ~~μLを加えて溶かす。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.4mmol/L) ヨウ素・ヨウ化カリウム試液(0.08mol/L)に水を加えて200倍容量に薄める。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.2mmol/L) ヨウ素・ヨウ化カリウム試液(0.04mol/L)に水を加えて200倍容量に薄める。用時調製する。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.08mol/L) ヨウ化カリウム10.0g及びヨウ素1.0gを量り、水を加えて溶かし、100mLとする。遮光して保存する。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.04mol/L) ヨウ化カリウム 5.0 g 及びヨウ素 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (α -アミラーゼ活性試験用) ヨウ素 5.5 g 及びヨウ化カリウム 11 g を量り、水を加えて溶かし、250mL とする。この溶液 1 mL とヨウ化カリウム溶液 (1→20) 200mL を混和し、水を加えて 250mL とする。

ライトグリーン・SF黄口 ライトグリーンSFイエロー $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$ [5141-20-8] 【ライトグリーン・SF黄口】

本品は、4- (ビス { 4- [N-エチルーN- (3-スルホナトフェニルメチル) アミノ] フェニル} メチリウムイル) ベンゼンスルホン酸二ナトリウムで暗緑色の粒又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、液は淡緑色に変わる。

比吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (633nm 付近の極大吸収部) = 606 以上

本品 ~~0.0100g~~ 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 mL とした液は、波長 631~635nm に極大吸収部がある。

ラウリル硫酸ナトリウム $C_{12}H_{25}NaO_4S$ [151-21-3]

日本薬局方ラウリル硫酸ナトリウムを用いる。

ラウリル硫酸ナトリウム・プロピレングリコール試液 ラウリル硫酸ナトリウム 1 g を量り、水 80 mL を加えて溶かし、次にプロピレングリコール 20 mL を加えて混和する。

ラウリン酸メチル $C_{13}H_{26}O_2$ [111-82-0]

本品は、無~黄色の液体である。

屈折率 $n_D^{20} = 1.431$

比重 $d_4^{20} = 0.87$

融点 5℃付近

酪酸 p-ニトロフェニル $NO_2C_6H_4OCO(CH_2)_2CH_3$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ ラクトース水合物 $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ [K8728]

日本薬局方乳糖を用いる。

ラクトフェリン、定量用

本品は、牛乳から得られたラクトフェリンを主成分とするものである。本品は、淡赤黄色~黄赤色の結晶性の粉末又は粉末である。

純度試験 本品 0.1 g を量り、塩化ナトリウム溶液 (3→100) で正確に 50mL にし、検液とする。

検液 20 μ L を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からラクトフェリンの含量を求めるとき、95.0%以上である。なお、塩化ナトリウム溶液 (3→100) について空試験を行い、結果を補正する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル
カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相A 塩化ナトリウム試液 (0.5mol/L) /アセトニトリル (HPLC用) /トリフルオロ酢酸混液 (9000 : 1000 : 3)

移動相B 塩化ナトリウム試液 (0.5mol/L) /アセトニトリル (HPLC用) /トリフルオロ酢酸混液 (5000 : 5000 : 3)

濃度勾配 A : B (50 : 50) から, (0 : 100) までの直線濃度勾配を 25 分間行い, (50 : 50) までの直線濃度勾配を 10 分間行う。

流量 1.0mL/分

L-ラムノース, 定量用 $C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$ [6014-42-2]

本品は, 白色の結晶又は粉末である。

純度試験 本品 50mg を量り, 水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (2 : 8) で正確に 10mL とし, 検液とする。検液 20 μ L を量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からL-ラムノースの含量を求めるとき, 98.0%以上である。

なお, 水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (2 : 8) について, 空試験を行って結果を補正する。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 6 mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル (HPLC用) /水混液 (8 : 2)

流量 1.0mL/分

卵黄 酵素活性試験法に適するものを用いる。

卵白 正常な卵白を用いる。

卵白試液 卵白 10 g を量り, 水 40mL を加えて振り混ぜる。

~~L-リシン塩酸塩 L-リシン塩酸塩を見よ。~~

L-リシン塩酸塩 $H_2N(CH_2)_4CH(NH_2)COOH \cdot HCl$ [~~L(+)-リシン塩酸塩, K9053 : 1993~~] [657-27-2] [L-リシン塩酸塩]

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である, 水に溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

含量 本品を乾燥したものは, L-リシン塩酸塩 ($H_2N(CH_2)_4CH(NH_2)COOH \cdot HCl$) 99.0%以上を含む。

~~確認試験 (1) 本品は, 塩化物の反応を呈する。~~

~~(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 2,100 cm^{-1} , 1,630 cm^{-1} , 1,500 cm^{-1} , 1,420 cm^{-1} 及び1,330 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^{\circ}$ (乾燥後, 4 g, 塩酸 (1 \rightarrow 2), 50ml)~~

~~乾燥減量 0.5%以下 (105 $^{\circ}$ C, 3時間)~~

~~定量法 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, ギ酸 3 ml を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸液 20 ml を正確に量って加え, 水浴上で 30 分間加熱する。冷後, 非水滴定用酢酸を加えて 60 ml とし, 過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差~~

~~計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 ml）を用いる場合は、液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする。別に空試験を行う。~~

~~0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ml = 9.133 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$~~

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水で正確に 50 mL とし、検液とする。薄層板の下端から約 20 mm 上の位置を原線とし、原線上の左右両端から少なくとも 10 mm 離れた位置に検液 5 μ L をマイクロシリンジ、マイクロピペット等を用いて 10 mm 以上の間隔で 2 ~ 6 mm の円形状にスポットし、乾燥する。展開容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で湿らせ、更に展開溶媒を約 10 mm の深さに入れ、展開容器を密閉した後、室温で約 1 時間放置して展開溶媒の蒸気を飽和させる。展開溶媒は、アセトン/アンモニア水 (28) / 水 / 1-ブタノール混液 (10:5:2:10) とする。これに薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、室温で放置して展開させる。展開溶媒の先端が原線から約 10 cm の距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付けて風乾後、100°C で 30 分間乾燥し、放冷する。これに、ニンヒドリン・アセトン溶液 (1 → 50) を噴霧し、80°C で 10 分間加熱して発色させるとき、スポットは、1 つより多く検出しない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

定量法 滴定用ビーカーに、105°C で 3 時間乾燥した本品約 0.1 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を入れ、0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に入れて溶かし、時計皿でふたをして加熱して溶かした後、冷却する。非水滴定用酢酸で 60 mL とし、0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.132 mg $H_2N(CH_2)_4CH(NH_2)COOH \cdot HCl$

リゾチーム用基質試液 *Micrococcus luteus* の乾燥菌体適量にリン酸緩衝液 (pH 6.2) を加えて均一に懸濁させた後、波長 640 nm における透過率が 10% になるように調整する。用時調製する。

L- α -リゾホスファチジルコリン 1-アシル-sn-グリセロ-3-ホスホコリン

酵素活性試験法に適するものを用いる。

リトマス ~~〔K 8940・1061〕~~ [1393-92-6]

本品は、青～帯紫青色の粉末又は塊で、水又はエタノール (95) に溶け、その溶液は青～紫青色を呈する。

確認試験 本品 0.5 g を温水 50 mL に溶かし、赤色を呈するまで ~~希硫酸 10% 硫酸試液~~ を滴加し、10 分間煮沸する。この間青色を呈するときは赤色となるまで ~~希硫酸 10% 硫酸試液~~ を滴加する。さら更に、紫色を呈するまで水酸化バリウム飽和溶液を加えてろ過し、A 液とする。煮沸して冷却した水 100 mL に A 液 0.5 mL 及び塩酸 (1 → 120) ~~0.0550 mL~~ を加えるとき、赤色を呈する。また、煮沸して冷却した水 100 mL に A 液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム (1 → 250) ~~0.0550 mL~~ を加えるとき、青色を呈する。

~~リトマス紙、青色リトマス紙 (青色)~~ [リトマス紙、~~青色リトマス紙、~~ K 9071, 青色リトマス紙]
【青色リトマス紙】

~~リトマス紙、赤色リトマス紙 (赤色)~~ [リトマス紙、~~赤色リトマス紙、~~ K 9071, 赤色リトマス紙]
【赤色リトマス紙】

リトマスミルク 脱脂粉乳 10 g, リトマス ~~0.05 g~~ 50 mg 及び ~~無水硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム ~~0.05 g~~ 50 mg に水 100 mL を加えて混和する。用時調製する。

~~リナロオール定量用塩化アセチル、塩化アセチル、リナロオール定量用を見よ。~~

リノール酸 $C_{18}H_{32}O_2$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-リボース, 定量用 $C_5H_{10}O_5$ [50-69-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→20）2～3滴を沸騰したフェーリング試液5 ~~mL~~ mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1)~~ 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -18 \sim -22^\circ$

本品約1 gを精密に量り、アンモニア試液0.2 ~~mL~~ mL及び水を加えて溶かし、正確に50 ~~mL~~ mLとする。この液について旋光度を測定し、更に無水物換算を行う。

純度試験 (2) 類縁物質 本品0.5 gを水25 ~~mL~~ mLに溶かし、検液とする。検液1 ~~mL~~ mLを正確に量り、水を加えて正確に100 ~~mL~~ mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 ~~μL~~ μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分 1.0%以下（1 g, 容量滴定法, 直接滴定）

硫化アンモニウム試液 $(NH_4)_2S$ [硫化アンモニウム溶液（無色）, K8943, 1級] 遮光した小瓶に全満して保存する。

硫化水素 H_2S [7783-06-4]

本品は、無色の特異なおいがある気体で、空気より重く、水に溶ける。~~硫化鉄~~硫化鉄 (II)に硫酸（1→20）又は塩酸（1→4）を作用させて調製する。

硫化水素試液 硫化水素の飽和溶液を用いる。遮光した小瓶にほとんど全満し、なるべく冷所に保存する。強い硫化水素のにおいがある。

~~硫化鉄—硫化鉄 (II) を見よ。~~

硫化鉄 (II) FeS [硫化水素発生用, K8948, 硫化水素発生用] [1317-37-9] 【硫化鉄】

~~硫化ナトリウム—硫化ナトリウム9水和物を見よ。~~

硫化ナトリウム9水和物硫化ナトリウム九水和物 $Na_2S \cdot 9H_2O$ [硫化ナトリウム九水和物, K8949, 特級] [1313-84-4] 【硫化ナトリウム, 硫化ナトリウム9水和物】

硫化ナトリウム試液 ~~硫化ナトリウム5 gを量り、水10mL及びグリセリン30mLの混液を加えて溶かす。又は水酸化ナトリウム5 gを量り、水30mL及びグリセリン90mLの混液を加えて溶かし、この液の半容量に冷却しながら硫化水素を飽和した後、残りの半容量を混和する。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存する。調製後3か月以内に使用する。グリセリン30 mLに水10 mLを加えた溶液に硫化ナトリウム九水和物5 gを加えて溶かす。放置後上澄液を用いる。冷所に保存し3か月以内に使用する。~~

硫酸 H_2SO_4 [K8951, 特級] [7664-93-9]

~~硫酸, 希10%硫酸試液~~ → 「70vol%硫酸試液」の前に移動

~~硫酸亜鉛—硫酸亜鉛7水和物を見よ。~~

硫酸亜鉛7水和物硫酸亜鉛七水和物 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ [硫酸亜鉛七水和物, K8953, 特級] [7446-20-0] 【硫酸亜鉛, 硫酸亜鉛7水和物】

硫酸亜鉛・塩化ナトリウム・ヨウ化カリウム試液 塩化ナトリウム50 g, 硫酸亜鉛七水和物10 g及

びヨウ化カリウム 5.0 g を量り、水を加えて溶かし、200mL とする。

~~硫酸アルミニウムカリウム 硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物を見よ。~~

硫酸アンモニウム $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ [K8960, 特級] [7783-20-2]

☆硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物~~, K8979, 特級] [7783-85-9] 【硫酸第一鉄アンモニウム, 硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物, 硫酸鉄 (II) アンモニウム】

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水~~, K8982, 特級] [7783-83-7] 【硫酸鉄 (III) アンモニウム, 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物, 硫酸第二鉄アンモニウム】

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 【硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1000)】 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 50mg を量り、塩酸 50mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液」の前に移動

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, オキシエチレン測定用 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 8 g を量り、水に溶かし、100mL とする。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 【硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液】 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 10 g を量り、硝酸 (1→3) 10mL 及び水 80mL を加えて溶かす。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 【硫酸第二鉄アンモニウム試液】 ~~硫酸鉄 (III) アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 14 g を量り、水 100mL を加え、よく振り混ぜて溶かした後、ろ過し、硫酸 10mL を加える。褐色瓶に保存する。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液

~~硫酸鉄 (III) アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 15 g を量り、水 90ml を加えて溶かした後、ろ過し、硫酸 (1→35) 10mL を加える。

~~硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水」の前に移動

~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液」の前に移動

硫酸カリウム K_2SO_4 [K8962, 特級] [7778-80-5]

~~硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物~~ 硫酸カリウムアルミニウム・12 水 $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ [硫酸カリウムアルミニウム・12 水, K8255, 特級] [7784-24-9] 【硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物, 硫酸アルミニウムカリウム】

硫酸カルシウム二水和物 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [K8963, 特級] [10101-41-4]

~~硫酸銀 Ag_2SO_4 [K8965]~~

85% 硫酸試液 硫酸の含量を下記の試験方法で計算し、85%になるように水に硫酸を加えて調製する。

共通すり合わせ三角フラスコ 100 mL の質量を 0.1 mg の桁まで量り、硫酸 1.0 g を入れ、再び 0.1 mg の桁まで質量を量る。共通すり合わせ三角フラスコを冷却しながら水 20 mL を徐々に加える。1 mol / L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 数滴)。終点は液の色が黄から帯青緑色に変わる点とする。

硫酸の含量は、次の式により算出する。

$\text{硫酸の含量 (\%)} = V \times f \times 0.04904 \times 100 / (m_2 - m_1)$
ただし、 V : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

f : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m_2 : 試料を入れた共通すり合わせ三角フラスコの質量 (g)

m_1 : 共通すり合わせ三角フラスコの質量 (g)

☆10%硫酸試液 【希硫酸，硫酸，希】 硫酸 5.7 mL を量り，水 10 mL に徐々に加え，冷後，水を加えて 100 mL とする。

70vol%硫酸試液 氷水中で冷却下，水 30 mL に硫酸 70 mL をかき混ぜながら徐々に加える。

硫酸試液 (2 mol/L) 硫酸 110 mL を量り，水に徐々に加え，冷後，更に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液 (1 mol/L) 硫酸 56 mL を量り，水に徐々に加え，冷後，更に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液 (0.5 mol/L) 硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する。

硫酸試液 (0.25 mol/L) 硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後，放冷する。

硫酸試液 (0.05 mol/L) 硫酸試液 (0.5 mol/L) 100 mL に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液 (0.025 mol/L) 硫酸試液 (0.25 mol/L) 100 mL に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液 (5.5 mmol/L) 硫酸 0.3 mL を量り，水に徐々に加え，冷後，更に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸試液 (0.005 mol/L) 硫酸試液 (0.5 mol/L) 10 mL に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸水素カリウム KHSO_4 [K8972, 特級] [7646-93-7]

硫酸水素テトラブチルアンモニウム $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}] \text{HSO}_4$ [32503-27-8]

本品は，白色の結晶性の粉末である。

含量 本品は，硫酸水素テトラブチルアンモニウム $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}] \text{HSO}_4$ 98.0%以上を含む。

純度試験 (1) 溶状 ~~本品 1 g の水溶液 (1→20) はほとんど澄明である。~~ (1.0 g, 水 20 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.001%以下

本品 2 g の水溶液 (1→10) に硝酸 (1→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え 15 分間放置したときに生じる白濁は，塩化物イオン標準原液 (1→10) 2 mL に硝酸 (1→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え 15 分間放置したときに生じる白濁より濃くない。

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，あらかじめ水をフラスコに入れ 15 分間沸騰させた後，ソーダ石灰管を連結して空気中の二酸化炭素を遮り，冷却した水 (使用時に調製する。) 100 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 0.03395 g $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}] \text{HSO}_4$

硫酸水素テトラブチルアンモニウム試液 (0.01 mol/L) 硫酸水素テトラブチルアンモニウム 3.4 g を量り，水を加えて 1000 mL とする。

~~硫酸水素ナトリウム—硫酸水素ナトリウム 1 水和物を見よ。~~

~~硫酸水素ナトリウム 1 水和物 $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [硫酸水素ナトリウム—水和物, K8973:1992]~~

~~本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末で，その水溶液は酸性を呈する。~~

~~含量—98.0~102.0%~~

~~確認試験—本品の水溶液 (1→10) 5 mL に塩化バリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる。~~

~~定量法 本品約 4 g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 50 ml を加えて溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 1~2 滴)。~~

~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 138.1 mg $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$~~

~~硫酸セリウム (IV) アンモニウム 硫酸セリウム (IV) アンモニウム 2 水和物を見よ。~~

~~硫酸セリウム (IV) アンモニウム 2 水和物 $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [硫酸四アンモニウムセリウム (IV) 二水和物, K8977]~~

~~硫酸第一鉄 硫酸鉄 (II) 7 水和物を見よ。~~

~~硫酸第一鉄アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物を見よ。~~

~~硫酸第一鉄試液~~ **硫酸鉄 (II) 試液** → 「硫酸鉄 (III)」の前に移動

~~硫酸第一鉄試液, 酸性 硫酸 7.5 ml を量り、水 100 ml に加え、加熱しながら、硫酸第一鉄約 80 g を溶解する。次に、硝酸 7.5 ml を量り、水 20 ml に加え混ぜ、加温する。更に、先の硫酸第一鉄溶液を加え、混合液が赤色の蒸気を発し、液色が黒色から赤色に変わるまで濃縮する。第一鉄塩の反応を早さなくなるまで、硝酸数滴を加えて、再び加温する。冷後、この濃縮液に水を加えて 110 ml とする。用時調製する。~~

硫酸第二水銀試液

~~黄色酸化第二水銀 5 g を量り、水 40 ml を加え、かき混ぜながら硫酸 20 ml を徐々に加え、更に水 40 ml を加えてよくかき混ぜて溶かす。~~

~~硫酸第二セリウムアンモニウム 硫酸セリウム (IV) アンモニウムを見よ。~~

~~硫酸第二鉄 硫酸鉄 (III) を見よ。~~

~~硫酸第二鉄アンモニウム 硫酸鉄 (III) アンモニウムを見よ。~~

~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ **硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液** → 「硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液」の前に移動

~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~ **硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液** → 「硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液」の前に移動

~~硫酸第二鉄アンモニウム・硫酸試液 (1→35)~~ **硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液** → 「硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物」の前に移動

~~硫酸第二鉄試液~~ **硫酸鉄 (III) 試液** → 「硫酸鉄 (II) アンモニウム」の前に移動

硫酸呈色物用硫酸 あらかじめ、次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え、硫酸 (H_2SO_4) 94.5~95.5% に調整する。保存中、水分を吸収して濃度が変わったときは使用しない。

定量法 硫酸約 2 g を共栓フラスコ中に速やかに精密に量り、水 30 ml を加え、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 2~3 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 49.04 mg H_2SO_4

~~硫酸鉄 (II) 硫酸鉄 (II) 7 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (II) 7 水和物~~ **硫酸鉄 (II) 七水和物** $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [硫酸鉄 (II) 七水和物, K8978, 特級] [7782-63-0] **【硫酸鉄 (II), 硫酸鉄 (II) 7 水和物, 硫酸第一鉄】**

☆ **硫酸鉄 (II) 試液** **【硫酸第一鉄試液】** ~~硫酸鉄 (II)~~ **硫酸鉄 (II) 七水和物** 8 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 100 ml を加えて溶かす。用時調製する。

~~硫酸鉄 (III) 硫酸鉄 (III) n 水和物を見よ。~~

硫酸鉄 (III) n 水和物 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [K8981, 特級] [15244-10-7] **【硫酸鉄 (III)】**

☆ **硫酸鉄 (III) 試液** **【硫酸第二鉄試液】** ~~硫酸鉄 (III)~~ **硫酸鉄 (III) n 水和物** 50 g を量り、水

約 500mL を加えてよく振り混ぜ、次に硫酸 200mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、水を加えて 1,000mL とする。

~~硫酸鉄 (II) アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (III) アンモニウム 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (II) 試液 硫酸第一鉄試液を見よ。~~

~~硫酸銅 硫酸銅 (II) 5 水和物を見よ。~~

~~硫酸銅・アンモニア試液 硫酸銅 0.4 g を量り、クエン酸溶液 (1→5) /アンモニア試液混液 (3:2) 50ml を加えて溶かす。~~

☆硫酸銅 (II) CuSO_4 [~~硫酸銅 (II)~~, K8984, 1 級] [7758-98-7] 【無水硫酸銅, 硫酸銅, 無水】

~~硫酸銅 (II) 5 水和物~~硫酸銅 (II) 五水和物 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸銅 (II) 五水和物~~, K8983, 特級] [7758-99-8] 【硫酸銅, 硫酸銅 (II) 5 水和物】

~~硫酸銅, 無水~~硫酸銅 (II) → 「硫酸銅 (II) 五水和物」の前に移動

10w/v %硫酸銅 (II) 試液 硫酸銅 (II) 五水和物 15.6 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。

~~硫酸ナトリウム 硫酸ナトリウム 10 水和物を見よ。~~

☆硫酸ナトリウム Na_2SO_4 [~~硫酸ナトリウム~~, K8987, 特級] [7757-82-6] 【無水硫酸ナトリウム, 硫酸ナトリウム, 無水】

~~硫酸ナトリウム 10 水和物~~硫酸ナトリウム十水和物 $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸ナトリウム十水和物~~, K8986, 特級] [7727-73-3] 【硫酸ナトリウム, 硫酸ナトリウム 10 水和物】

~~硫酸ナトリウム, 無水~~硫酸ナトリウム → 「硫酸ナトリウム十水和物」の前に移動

~~硫酸ニッケルアンモニウム 硫酸ニッケル (II) アンモニウム 6 水和物を見よ。~~

~~硫酸ニッケル (II) アンモニウム 6 水和物~~ $\text{NiSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸ニッケル (II) アンモニウム六水和物~~, K8990]

硫酸ヒドラジニウム $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$ [K8992, 特級] [10034-93-2] 【硫酸ヒドラジン】

~~硫酸ヒドラジン 硫酸ヒドラジニウムを見よ。~~

~~硫酸マグネシウム 硫酸マグネシウム 7 水和物を見よ。~~

☆硫酸マグネシウム七水和物 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸マグネシウム七水和物~~, K8995, 特級] [10034-99-8] 【硫酸マグネシウム, 硫酸マグネシウム 7 水和物】

硫酸マグネシウム試液 ~~硫酸マグネシウム~~硫酸マグネシウム七水和物 11 g を量り、水 50mL を加えて溶かし、100mL とする。(0.5mol/L)

硫酸マグネシウム試液 (0.1mol/L) 硫酸マグネシウム七水和物 24.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

~~硫酸マグネシウム 7 水和物~~硫酸マグネシウム七水和物 → 「硫酸マグネシウム試液」の前に移動

~~硫酸マンガン 硫酸マンガン (II) 5 水和物を見よ。~~

~~硫酸マンガン試液 硫酸マンガン 90 g を量り、水約 200ml, リン酸約 175ml 及び硫酸 (1→2) 約 350ml を加えて溶かし、水を加えて 1,000ml とする。~~

~~硫酸マンガン (II) 5 水和物~~硫酸マンガン (II) 五水和物 $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸マンガン (II) 五水和物~~, K8997, 特級] [15244-36-7] 【硫酸マンガン, 硫酸マンガン (II) 5 水和物】

15%硫酸・メタノール試液 硫酸 8.2mL を量り、メタノール 20mL に徐々に加え、冷却し、メタ

ノールを加えて 100 ~~ml~~ mL とする。

~~硫酸リチウム—硫酸リチウム 1 水和物を見よ。~~

~~硫酸リチウム 1 水和物~~ 硫酸リチウム一水和物 $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [~~硫酸リチウム—水和物~~, K8994, 特級] [10102-25-7] 【硫酸リチウム, 硫酸リチウム 1 水和物】

~~流動パラフィン—パラフィン, 流動を見よ。~~

☆ 流動パラフィン [8042-47-5] 【パラフィン, 流動】

~~日本薬局方軽質流動パラフィンを用いる。~~

本品は、無色澄明の液体である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2923cm^{-1} , 2854cm^{-1} , 1461cm^{-1} , 1376cm^{-1} 及び 725cm^{-1} 付近に吸収を認める。

密度 $0.825 \sim 0.850 \text{ g/mL}$ (20°C)

純度試験 (1) 多核芳香族炭化水素

使用する器具は全てヘキサンで洗っておく。本品 25mL を 100mL の分液漏斗に入れ、ヘキサン (HPLC 用) 25mL を加えて激しく振り混ぜる。紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜ、15 分間放置する。下層を 50mL の分液漏斗に移し、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 2mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜ、2 分間放置する。下層を栓付遠沈管に移し、毎分 2500~3000 回転で約 10 分間遠心分離し、上澄液を分離したものを検液とする。紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 25mL に紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5mL を加え、以下同一操作によって調製した上澄液を分離したものを比較液とする。吸収セル 10mm を用い、波長 260~350nm で比較液を対照として、検液の吸光度を測定すると、0.10 以下である。

(2) 硫酸着色物質

本品 10g をあらかじめ 85%硫酸試液で洗ったネスラー管に入れ、85%硫酸試液 10mL を加えて水浴中で 10 分間加熱する (試験管内の液面が水浴の水面以下になるように浸し、その間に 2~3 回激しく振り混ぜる)。試験管を水浴からとり出したとき、硫酸層の色は、比色標準液 D の色より濃くない。

リン酸 H_3PO_4 [りん酸, K9005, 特級] [7664-38-2]

~~リン酸二アンモニウム— $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ —[りん酸水素二アンモニウム, K9016]~~

~~リン酸二アンモニウム緩衝液~~ ~~リン酸二アンモニウム 150g を量り、水 700ml を加えて溶かし、塩酸 (1→2) で pH5.5 に調整し、水を加えて 1,000ml とする。~~

リン酸カリウム緩衝液 (1 mol/L)

第 1 液: リン酸水素二カリウム 174g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液: リン酸二水素カリウム 136g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.4 mol/L)

第 1 液: リン酸二水素カリウム 54.4g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液: リン酸水素二カリウム 69.7g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.2 mol/L)

第 1 液: リン酸二水素カリウム 27.2g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二カリウム 34.8 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.1mol/L) リン酸二水素カリウム 5.3 g 及びリン酸水素二カリウム 10.6 g を量り，水 950mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2mol/L) 又は塩酸試液 (2mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 6.80 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二カリウム 8.71 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.02mol/L)

第1液：リン酸水素二カリウム 3.5 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 2.7 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 0.68 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二カリウム 0.87 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 硫酸亜鉛含有) 硫酸亜鉛七水和物溶液 (18→3125)

1 mL を量り，pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L) を加え 1000mL とする。

リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) リン酸二水素カリウム 8.8 g 及びリン酸水素二カリウム 6.1 g を量り，水 900mL を加えて溶かし，硫酸マグネシウム試液 (0.1mol/L) 10mL 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.005mol/L) 10mL 及び水を加えて 1000mL とする。pH が 6.50±0.05 であることを確認する。

リン酸カリウム・リン酸緩衝液 (1mol/L) リン酸二水素カリウム 136 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，リン酸 (67→1000) 又は水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) リン酸二水素カリウム 27.2 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) リン酸二水素カリウム 13.6 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH7.0, フェノール含有) リン酸二水素カリウム 1.36 g を量り，水 80mL を加えて溶かし，フェノール溶液 (1→20) 3 mL 及びポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 3 mL を加え，水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で pH7.0 に調整した後，水を加えて 100mL とする。

リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO₃H₂型)，強酸性強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO₃H₂型) → 「希硫酸」の前に移動

リン酸一カリウムリン酸二水素カリウム → 「リン酸二水素カリウム，pH測定用」の前に移動

リン酸一カリウム，pH測定用リン酸二水素カリウム，pH測定用 → 「リン酸二水素カリウム試液

(0.2mol/L, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有)」の前に移動

リン酸二カリウム リン酸水素二カリウム → 「リン酸水素二ナトリウム・12水」の前に移動

リン酸緩衝液 (0.5mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 71.0 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 68.0 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.4mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 54.4 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 143 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (1/3 mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 47.3 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 45.4 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.2mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 28.4 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 27.2 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 14.2 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 13.6 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (1/15mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 9.1 g を量り，水を加えて加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム 9.5 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.05mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 6.8 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 17.9 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.02mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 2.84 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 2.72 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.01mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 1.36 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 3.58 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH2.6)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g を量り，水を加えて溶かして 1000mL とする。

第2液:リン酸 1.15 g を量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。

第1液1容量と第2液1容量とを混和し、両液を用いて pH2.6 に調整する。

リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH7.0, アルブミン含有) ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.1 g を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 10mL 及び水を加えて溶かし、100mL とする。この液 10mL と、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 100mL を混和し、水を加えて 1000mL とする。

リン酸緩衝液 (0.005mol/L)

第1液:リン酸二水素カリウム 0.68 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液:リン酸水素二ナトリウム・12水 1.79 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液 (塩化ナトリウム含有) リン酸水素二ナトリウム 33.0 g, リン酸二水素カリウム 14.0 g 及び塩化ナトリウム 3.3 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

リン酸緩衝液 (pH3.3) ~~リン酸一ナトリウム~~リン酸二水素ナトリウム二水和物 12 g を量り、水を加えて溶かし、1,000mL とする。これにリン酸を混和し、pH3.3 に調整する。

~~リン酸塩緩衝液 (pH6.2)~~リン酸緩衝液 (pH6.2) 【リン酸塩緩衝液 (pH6.2)】

第1液: ~~リン酸一ナトリウム~~リン酸二水素カリウム 9.08 g ~~を~~量り、水を加えて溶かし、1,000mL とする。

第2液: ~~無水リン酸二ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム 9.46 g ~~を~~量り、水を加えて溶かし、1,000mL とする。

第1液 800mL と第2液 200mL とを混和し、必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH6.2 に調整する。

リン酸緩衝液 (pH6.4)

第1液:リン酸二水素カリウム 6.80 g (含量 100%相当) を水 (二酸化炭素除去) で正確に 500mL にする。

第2液:0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液:水 30mL を 100mL のポリエチレン製瓶に入れ、水酸化ナトリウム 36 g を少量ずつ加えて溶かし、栓をして 4~5 日放置する。その上澄液 10mL を 1000mL のポリエチレン製容器に入れ、水 1000mL を加え、A液とする。アミド硫酸 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.4~0.5 g を精密に量り、100mL のコニカルビーカー等に移し、水 25mL を加えて溶かした後、指示薬としてプロモチモールブルー試液数滴を加え、A液で滴定する。終点は、液の色が黄色から帯青緑色になるときとする。A液のファクターを、次式により計算する。

$$f = m / (0.019419 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

第1液 50mL 及び第2液 6.3mL (第2液のファクターが、1.000 でない場合は、第2液のファクターを用いて、加える体積を補正する。) を正確に量り、メスフラスコに入れ、水 (二酸化炭素除去) で 100mL にする。

リン酸緩衝液 (pH6.5) リン酸水素二ナトリウム・12水 10.5 g 及びリン酸二水素カリウム 5.8 g を水 750mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えて pH6.5 に調整した後、水を加えて

1000mLとする。

リン酸緩衝液 (pH6.8) ~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 3.40 g 及び無水リン酸三ナトリウムリン酸水素二ナトリウム 3.55 g を量り、合わせ、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

リン酸緩衝液 (pH7)

第1液：pH測定用リン酸一カリウムリン酸二水素カリウム 27.218 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第2液：~~0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) を用いる。

第1液 50.0 ~~mL~~と第2液 29.54 ~~mL~~を混和し、水を加えて 200 ~~mL~~とする。必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH7 に調整する。

リン酸緩衝液 (pH7.1)

第1液：リン酸三ナトリウムリン酸水素二ナトリウム・12水 21.2 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第1液2容量と第2液1容量とを混和し、両液を用いて pH7.1 に調整する。

~~リン酸緩衝液 (pH7.4)~~

~~第1液：pH測定用リン酸一カリウム 6.80 g を量り、水を加えて溶かして 500 mL とする。~~

~~第2液：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液を用いる。~~

~~第1液 50.0 mL と第2液 19.75 mL を混和し、水を加えて 100 mL とする。~~

リン酸緩衝液 (pH7.5)

第1液：~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 53.7 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 20.4 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第1液21容量と第2液4容量とを混和し、両液を用いて pH7.5 に調整する。

リン酸緩衝液 (pH7.6)

第1液：~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 4.54 g を量り、水を加えて溶かし、~~500 mL~~とする。

第2液：~~無水リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム 4.73 g を量り、水を加えて溶かし、~~500 mL~~とする。

第1液13容量と第2液87容量とを混和し、両液を用いて pH7.6 に調整する。

リン酸緩衝液 (pH8)

第1液：~~無水リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム 23.88 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 9.07 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~とする。

第1液50容量と第2液7容量とを混和し、両液を用いて pH8 に調整する。

~~リン酸水素アンモニウムナトリウム4水和物~~リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ~~〔りん酸水素アンモニウムナトリウム四水和物、K9013:2002〕~~ [7783-13-3]
【リン酸水素アンモニウムナトリウム4水和物】

本品は、白い結晶又は粒で、空気中で風解しやすい。水に溶けやすい。

~~確認試験 (1)本品の水溶液(1→20) 5mlに硝酸銀溶液(1→50) 1mlを加えるとき、黄色の沈殿を生じ、更に硝酸(1→3) 1ml又は(2→5) 5mlを加えるとき、沈殿は溶ける。~~

~~(2)本品の水溶液(1→20) 5mlに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 1mlを加え、加熱するとき、アンモニアが発生する。~~

~~(3)本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩(1)の反応を呈する。本品1gを量り、先端を湿らせた白金線に試料を付着させ、バーナーで融解させ、冷却するとき、無色透明な球となる。~~

~~純度試験 溶状 澄明(1.0g、水20ml)~~

~~リン酸一ナトリウム~~リン酸二水素ナトリウム二水和物 →「リン酸三ナトリウム12水和物」の前に移動

☆リン酸水素二カリウム K_2HPO_4 [りん酸水素二カリウム, K9017, 特級] [7758-11-4]

~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 →「リン酸水素二ナトリウム試液(0.05mol/L)」の前に移動

~~リン酸二ナトリウム, 無水~~リン酸水素二ナトリウム Na_2HPO_4 [りん酸水素二ナトリウム, K9020, 特級] [7558-79-4] 【リン酸二ナトリウム, 無水, 無水リン酸二ナトリウム】

~~リン酸二ナトリウム, 無水, pH測定用~~リン酸水素二ナトリウム, pH測定用 Na_2HPO_4 [りん酸水素二ナトリウム pH標準液用, K9020, pH標準液用] [7558-79-4] 【リン酸二ナトリウム, 無水, pH測定用, pH測定用無水リン酸二ナトリウム】

~~リン酸三ナトリウム12水和物~~ $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ [りん酸三ナトリウム・十二水和物, K9012]

リン酸水素二ナトリウム・12水 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ [りん酸水素二ナトリウム・12水, K9019, 特級] [10039-32-4] 【リン酸二ナトリウム】

リン酸水素二ナトリウム試液(0.2mol/L, アルブミン含有) リン酸水素二ナトリウム28.4g及びウシ血清アルブミン(酵素用)0.5gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

リン酸水素二ナトリウム試液(0.05mol/L) リン酸水素二ナトリウム7.098gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

リン酸水素二ナトリウム試液(0.01mol/L) リン酸水素二ナトリウム1.42gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

リン酸水素二ナトリウム試液(0.01mol/L, アルブミン含有) リン酸水素二ナトリウム1.4g及びウシ血清アルブミン(酵素用)0.5gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

リン酸・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液 リン酸1mL及びテトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物3.22gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

リン酸ナトリウム緩衝液(0.5mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物78gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水179gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物31.2gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水71.6gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム 14.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム 7.1 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.01mol/L, pH7.0, エチレングリコール含有) pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) 50mL とエチレングリコール 100mL を混和し、水を加えて 1000mL とする。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.004mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.62 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 1.43 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

☆ リン酸二水素カリウム KH_2PO_4 [りん酸二水素カリウム, K9007, 特級] [7778-77-0] 【リン酸一カリウム】

☆ リン酸二水素カリウム, pH 測定用 KH_2PO_4 [りん酸二水素カリウム, pH 標準液用, K9007, pH 標準液用] [7778-77-0] 【pH 測定用リン酸一カリウム, リン酸一カリウム, pH 測定用】

リン酸二水素カリウム試液 (0.2mol/L, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) リン酸二水素カリウム 5.4 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74mg を量り、水を加えて溶かし、200mL とする。

リン酸二水素カリウム試液 (0.02mol/L) リン酸二水素カリウム 2.72 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

リン酸二水素テトラ-*n*-ブチルアンモニウム試液 (0.5mol/L) 本品は、無～微黄色の澄明な液体である。

確認試験 (1) 本品 10mL にアンモニア水 (2→5) 1 mL 及びマグネシア試液 2 mL を加え、振り混ぜると白い沈殿が生じる。

(2) 本品 10mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えて熱すると、アンモニアのにおいが発生する。

吸光度 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法より試験を行うとき、波長 240nm, 245nm, 300nm 及び 350nm は、それぞれ 0.50, 0.30, 0.15 及び 0.10 以下である。

純度試験 (1) 臭化物 Br 0.1%以下

本品 0.2 g を量り、水で 20mL とし、硝酸 (2→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→10) 1 mL を加えて 15 分間放置したものを検液とする。別に、臭化物イオン標準原液 2 mL に水を加えて 20mL とし、硝酸 (2→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→10) 1 mL を加えて 15 分間放置したものを比較液とする。このとき検液に生じる濁りは、比較液に生じる濁りより濃くない。

(2) モル濃度 0.45～0.55mol/L

本品 25mL を正確に量り、水で 50mL としたものを 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 339.45mg $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3]_4\text{NH}_2\text{PO}_4$

濃度は、次の式によって算出する。

$$A = \frac{0.33945 \times a \times f}{25 \times 1000}$$

$$B = \frac{A}{339.45}$$

ただし、A:濃度 (g/L)

B:モル濃度 (mol/L)

a: 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

f: 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

☆リン酸二水素ナトリウム二水和物 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [りん酸二水素ナトリウム二水和物, K9009, 特級] [13472-35-0] 【リン酸一ナトリウム】

リン脂質測定用試液 コリンオキシダーゼ3単位, パーオキシダーゼ(西洋ワサビ由来, グアヤコール基質)6単位, フェノール1mg及び4-アミノアンチピリン0.6mgを量り, pH7.4のHEPES緩衝液(0.05mol/L)4mLを加えて溶かす。

~~リンモリブデン酸リンモリブデン酸n水和物 $\text{H}_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ [(12-十二モリブド(VI))りん酸n水和物, K9026:1991] [51429-74-4] 【リンモリブデン酸】~~

~~本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。、水及びジエチルエーテルに溶けやすい。~~

~~純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として0.005%以下~~

~~本品3.0gを正確に量り、塩酸(2→3)1.5mL及び水を加えて溶かして60mLにし、これをA液とする。A液20mLをとり、これにエタノール(95)3mLと塩化バリウム溶液(1→10)2mLを加え、更に水を加えて30mLとする。これを1時間放置して検液とする。別にA液20mLをとり、塩化バリウム溶液(1→10)2mLを加えて沸騰するまで加熱する。1時間放置した後、水で湿した定量分析用紙(5種C)を用いてろ過し、ろ液にエタノール(95)3mLを加える。これに硫酸イオン標準原液0.5mLを加え、水を加えて30mLとし、比較液とする。検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。~~

~~(2) カルシウム0.02%以下~~

~~本品1.0gに水を加えて溶かして100mLとし、検液とする。本品1.0gに水50mLを加えて溶かし、カルシウム標準液(0.1mg/mL)1mLを加え、次いで水を加えて100mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 422.7nm~~

~~可燃性ガス 亜酸化窒素~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→10)10mLに、アンモニア試液0.5mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液2mLを加えるとき、沈殿は溶ける。更に硝酸(1→2)5mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液（1→10）5 mL にアンモニア試液 1 mL 及びマグネシア試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

ルチン，定量用 $C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$ [250249-75-3]

本品は、淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $1_{\neq}655cm^{-1}$ 、 $1_{\neq}605cm^{-1}$ 、 $1_{\neq}505cm^{-1}$ 、 $1_{\neq}360cm^{-1}$ 、 $1_{\neq}300cm^{-1}$ 、 $1_{\neq}200cm^{-1}$ 及び $810cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1)—比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (350nm 付近の極大吸収部) = 290 以上

本品を $135^{\circ}C$ 、2 時間乾燥し、その約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg をメタノール 25mL に溶かす。この液 5 mL を正確に量り、水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に検液 1 mL を正確に量り、メタノール 5 mL を加えた後、水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピークと溶媒ピークとを除くピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん ~~ん~~ 填 剤 5～10μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3～6 mm、長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 $40^{\circ}C$

移動相 水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8～12 分になるように調整する。

ルブソシド $C_{32}H_{50}O_{13}$ [64849-39-4]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 $2940cm^{-1}$ 、 $1720cm^{-1}$ 、 $1660cm^{-1}$ 、 $1450cm^{-1}$ 、 $1240cm^{-1}$ 、 $1210cm^{-1}$ 、 $1170cm^{-1}$ 、 $1070cm^{-1}$ 及び $890cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、メタノール 1 mL を加えて溶かす。この液 5μL につき、ステビオールビオシドの確認試験 (2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。

純度試験 本品 5 mg に水／アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

L-α-レシチン (ダイズ由来) L-α-ホスファチジルコリン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~レゾルシノール~~ レゾルシノール $C_6H_4(OH)_2$ [~~レゾルシノール~~、K9032、特級] [108-46-3]
【レゾルシノール、レゾルシン】

~~レゾルシン~~ ~~レゾルシノール~~を見よ。

レバウジオシドA $C_{44}H_{70}O_{23}$ [58543-16-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -20 \sim -24^\circ$ 本品を 110°C で 2 時間乾燥し、その 0.05g をメタノール 50mL に溶かし、旋光度を測定する。~~

~~融点 $239 \sim 244^\circ\text{C}$~~

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3350cm^{-1} 、 2920cm^{-1} 、 1730cm^{-1} 、 1450cm^{-1} 、 1210cm^{-1} 、 1030cm^{-1} 及び 890cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、水 1mL を加えて溶かす。この液 $5\mu\text{L}$ につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.5 付近に主スポットを認める。

純度試験 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 $10\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、 95.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

レバウジオシドA, 定量用 $C_{44}H_{70}O_{23}$ [58543-16-1]

本品は、白色の結晶又は粉末である。

確認試験 レバウジオシドAの確認試験の(1)及び(2)を準用する。

純度試験 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 $10\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、 99.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

乾燥減量 5.0% 以下 (50mg , 105°C , 2時間)

レバウジオシドB $C_{38}H_{60}O_{18}$ [58543-17-2]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400cm^{-1} 、 1700cm^{-1} 、 1370cm^{-1} 、 1240cm^{-1} 、 1080cm^{-1} 、 1040cm^{-1} 及び 890cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、メタノール 1mL を加えて溶かす。この液 $5\mu\text{L}$ につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。

純度試験 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 $10\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、 95.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 40 分間までとする。

レバウジオシドC $C_{44}H_{70}O_{22}$ [63550-99-2]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 2920cm^{-1} 、 1730cm^{-1} 、 1640cm^{-1} 、 1450cm^{-1} 、 1370cm^{-1} 、 1230cm^{-1} 、 1210cm^{-1} 、 1080cm^{-1} 、 900cm^{-1} 及び 580cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) を加えて 5mL とし、検液とする。検液 $10\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドCの保持時間と一致する。

純度試験 確認試験(2)の検液 10 μ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

レバウジオシドC, 同定用 C₄₄H₇₀O₂₂ [63550-99-2]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) レバウジオシドCの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品 5 mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 1 μ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマススペクトルに、脱プロトン分子[M-H]⁻のシグナル (m/z 949) を認める。

操作条件

検出器 質量分析計 (エレクトロスプレーイオン化法)。ただし、電圧値等のパラメータを調整しあらかじめ最適化しておく。

走査質量範囲 m/z 100~1500 (負イオン)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 ギ酸 (0.02mol/L) /アセトニトリル (HPLC用) 混液 (17 : 8)

流量 0.5mL/分

純度試験 確認試験(2)の検液 10 μ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

レバウジオシドD C₅₀H₈₀O₂₈ [63279-13-0]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400cm⁻¹, 2920cm⁻¹, 1730cm⁻¹, 1660cm⁻¹, 1450cm⁻¹, 1370cm⁻¹, 1230cm⁻¹, 1080cm⁻¹ 及び 890cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(2) 本品 5 mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 μ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドDの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 A リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH2.6)

移動相 B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (75 : 25) で 12 分間保持した後、A : B (75 : 25) から (50 : 50) までの直線濃度勾配を 13 分間行い、更に A : B (50 : 50) で 15 分間保持する。

流量 1.0mL/分

純度試験 確認試験(2)の検液 10 μ Lにつき、確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行

う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから40分間までとする。

レバウジオシドD, 同定用 $C_{50}H_{80}O_{28}$ [63279-13-0]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) レバウジオシドDの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液1 μ Lにつき、レバウジオシドCの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマスペクトルに、脱プロトン分子[M-H]⁻のシグナル(m/z 1128)を認める。

純度試験 確認試験(2)の検液10 μ Lにつき、レバウジオシドDの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから40分間までとする。

レバウジオシドF $C_{43}H_{68}O_{22}$ [438045-89-7]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2920 cm^{-1} 、1730 cm^{-1} 、1640 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1370 cm^{-1} 、1230 cm^{-1} 、1210 cm^{-1} 、1080 cm^{-1} 、900 cm^{-1} 及び580 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液10 μ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドFの保持時間と一致する。

純度試験 確認試験(2)の検液10 μ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

レバウジオシドF, 同定用 $C_{43}H_{68}O_{22}$ [438045-89-7]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1)レバウジオシドFの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液1 μ Lにつき、レバウジオシドCの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマスペクトルに、脱プロトン分子[M-H]⁻のシグナル(m/z 936)を認める。

純度試験 確認試験(2)の検液10 μ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

L-ロイシル-グリシル-グリシン $C_{10}H_{19}N_3O_4$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

L-ロイシル-p-ニトロアニリド塩酸塩 $C_{12}H_{17}N_3O_3 \cdot HCl$ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ロカストビーンガム(酵素用) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ワキシ-コーンスターチ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ワキシ-コーンスターチ(リントナー可溶化) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、モチトウモロコシ (*Zea mays* L. var. *ceratina* Sturt.) の種子から得られたデンプンを酸で処理した後、脱脂したものである。

性状 本品は、白色～淡黄色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品 1 g に水 50 mL を加えて煮沸し、放冷するとき、ほとんど溶解し、無色澄明又はわずかに白濁した粘性の液体となる。

(2) 本品にヨウ素試液 (0.005 mol/L) を滴加するとき、赤紫色を呈する。

純度試験 本品を鏡検するとき、他のデンプン粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。鏡検は、日本薬局方一般試験法生薬試験法「鏡検」に準じて行う。

乾燥減量 5.0%以下 (4 g, 105°C, 6時間)

2. 容量分析用標準液

容量分析用標準液は、次のいずれかの方法によって調製し、規定された濃度 (mol/L) からのずれの度合いは、ファクターにより表す。通例、ファクターが 0.970～1.030 の範囲にあるように調製する。容量分析用標準液を使用するときは、その標準液の消費量 (滴定量) にファクターを乗じる。

0.1 mol/L 亜鉛溶液 1000 mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 6.538 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 3.3 g を精密に量り、水 25 mL 及び硝酸 (1→3) 40 mL を加え、冷却管を付けて水浴上で加熱して溶かす。更に穏やかに沸騰させて窒素酸化物を除いた後、放冷し、500 mL のメスフラスコに移し、溶かすために使用した三角フラスコ及び冷却管を水洗し、洗液を先の 500 mL のメスフラスコに加え、更に水を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 3.2690 \times A / 100$$

ただし、f : 0.1 mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.05 mol/L 亜鉛溶液 1000 mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 3.269 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.7 g を精密に量り、水 25 mL 及び硝酸 (1→3) 25 mL を加え、冷却管を付けて水浴上で加熱して溶かす。更に穏やかに沸騰させて窒素酸化物を除いた後、放冷し、500 mL のメスフラスコに移し、溶かすために使用した三角フラスコ及び冷却管を水洗し、洗液を先の 500 mL のメスフラスコに加え、更に水を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 1.6345 \times A / 100$$

ただし、f : 0.05 mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.02 mol/L 亜鉛溶液 1000 mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 1.3076 g を含む。

亜鉛（標準物質）の採取量を 0.66 g とし、0.05mol/L 亜鉛溶液に準じて調製する。
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 0.6538 \times A / 100$$

ただし、 f : 0.02mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛（標準物質）の採取量 (g)

A : 亜鉛（標準物質）の含量 (%)

0.01mol/L 亜鉛溶液 1000mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 0.6538 g を含む。

亜鉛（標準物質）の採取量を 0.33 g とし、0.05mol/L 亜鉛溶液に準じて調製する。
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 0.3269 \times A / 100$$

ただし、 f : 0.01mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛（標準物質）の採取量 (g)

A : 亜鉛（標準物質）の含量 (%)

0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.1mol/L EDTA 溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
二水和物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$, 分子量 372.24) 37.22 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 38
g を量り、~~新たに煮沸し冷却した~~ 水を加えて溶かして ~~1,000mL~~ とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 20mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.05mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。~~

~~規定度係数 = (0.05mol/L 塩化亜鉛溶液の消費量 (mL)) / (0.1mol/L EDTA 溶液の採取量 (mL) × 2)~~ 0.1mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 10mL を加えて、本液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

f_1 : 0.1mol/L 亜鉛溶液のファクター

V : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.05mol/L EDTA 溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
二水和物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$, 分子量 372.24) 18.61 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物
18.76 g を量り、~~新たに煮沸し冷却した~~ 水を加えて溶かして ~~1,000mL~~ とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 20mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。~~

~~規定度係数 = (0.025mol/L 塩化亜鉛溶液の消費量 (mL)) / (0.05mol/L EDTA 溶液の採取量 (mL))~~

~~×2)~~ 0.05mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5 mL を加えて、本液で滴定する（指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg）。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

f_1 : 0.05mol/L 亜鉛溶液のファクター

V : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.02mol/L EDTA 溶液】

~~1,000mL~~ mL 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$, 分子量 372.24) 7.445 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 7.5 g を用い、~~0.05mol/L EDTA 溶液に準じて調製する。~~ 量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。 ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 25mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴)。~~ 0.02mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5 mL を加えて、本液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。 終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.02mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

f_1 : 0.02mol/L 亜鉛溶液のファクター

V : 0.02mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.01mol/L EDTA 溶液】

~~1,000mL~~ mL 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$, 分子量 372.24) 3.722 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 3.8 g を用い、~~0.05mol/L EDTA 溶液に準じて調製~~ 量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。 ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 50mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴)。~~ 0.01mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5 mL を加え、本液で滴定する (エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。 終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

f_1 : 0.01mol/L 亜鉛溶液のファクター

V : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製を見よ。
~~0.1mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製を見よ。
~~0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.02mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製を見よ。

~~0.05mol/L塩化亜鉛溶液~~ 1,000mL中塩化亜鉛 (ZnCl₂, 分子量 136.32) 6.816 gを含む。

~~亜鉛 (標準試薬) 約 1.6 g を精密に量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1→4) 30mL を加え、時計皿で覆い、放置して水素ガスの発生が緩やかになってから水浴上で穏やかに加熱して溶かした後、時計皿及びビーカーの内壁を水洗し、水浴上でほとんど乾固するまで濃縮し、冷後、水を加えて正確に 500mL とする。~~

~~0.025mol/L塩化亜鉛溶液~~ 1,000mL中塩化亜鉛 (ZnCl₂, 分子量 136.32) 3.408 gを含む。

~~亜鉛 (標準試薬) 約 1.6 g を精密に量り、0.05mol/L塩化亜鉛溶液の調製と同様に操作し、冷後、水を加えて正確に 1,000mL とする。~~

☆0.1mol/L塩化チタン (III) 溶液 【0.1mol/L三塩化チタン溶液】

1,000mL中三塩化チタン 塩化チタン (III) (TiCl₃, 分子量 154.24) 15.42 gを含む。

~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 溶液 75mL を量り、塩酸 75mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて 1,000mL とし、ビュレット付きの遮光した瓶に入れ、空気を窒素又は水素で置換し、2日間放置した後使用する。用時標定する。

標定 ~~硫酸第一鉄アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 3 g を量り、500mL の広口三角フラスコに入れ、二酸化炭素 又は窒素 を通じながら、新たに煮沸し冷却した水 (二酸化炭素除去) 50mL を加えて溶かし、硫酸 (27→100) 25mL を加え、二酸化炭素 又は窒素 を通じながら速やかに 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 40mL を正確に 量って 加え、この三塩化チタン溶液本液 でほとんど終点近くまで滴定した後、直ちにチオシアン酸アンモニウム 5 g を加え、この三塩化チタン溶液本液 で滴定を続け、終点は、液の色の消えたる ときを終点とする。別に空試験を行い補正する。

~~規定度係数 = (0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の添加量 (mL)) / (0.1mol/L 三塩化チタン溶液の消費量 (mL))~~

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 40 / V$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液のファクター

f₁ : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液 1,000mL 中塩化ナトリウム (NaCl, 分子量 58.44) 5.844 g を含む。

~~塩化ナトリウム (標準試薬) を 110°C で 2 時間乾燥し、~~ 塩化ナトリウム (標準物質) の必要量を 認証書等に記載された方法で乾燥する。その 5.844 g を 正確に精密に 量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000mL とする。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 5.844 \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液のファクター

m : 塩化ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 塩化ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

又は塩化ナトリウム 5.9 g を量り、水に溶かして 1000mL とし、標定する。密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り、水 50mL を加えてよく混ぜ、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計又は、指示薬（ウラン試液数滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極は銀電極を、参照電極は銀比較電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は、水 15mL を加えてよく混ぜ、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点は、液の色が赤みを帯びるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液のファクター

f_1 : 0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硝酸銀溶液の消費量 (mL)

☆0.5mol/L 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 【0.5mol/L 塩酸ヒドロキシルアミン溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, 分子量 69.49) 34.75 g を含む。

~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 35 g を 正確に 量り、水 ~~40mL~~ を加え、約 65°C に 加熱加温 して溶かし、冷後、ブロモフェノールブルー・水酸化ナトリウム試液 ~~15mL~~ を加え、更にエタノール (95) を加えて正確に ~~1,000mL~~ とする。用時調製する。

0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液 ~~1,000mL~~ 中 ~~塩化マグネシウム~~ 塩化マグネシウム六水和物 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 分子量 203.30) 10.17 g を含む。

塩化マグネシウム 塩化マグネシウム六水和物 10.2 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 (二酸化炭素除去) を加えて溶かし、~~1,000mL~~ とする。

標定 本液 ~~25mL~~ を正確に量り、水 ~~50mL~~、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニア水・塩化アンモニウム試液 ~~3mL~~ 2 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.04g~~ 50mg を加え、液温を約 40°C に保ちながら、0.05mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する。~~ただし、終点近くでゆっくりと滴定し、~~ 終点は、液の色が赤紫色がから青紫色に変わるときを終点とする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液のファクター

f_1 : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~6 mol/L 塩酸~~ ~~1,000mL~~ 中 ~~塩酸~~ (HCl , 分子量 36.46) 218.8 g を含む。

~~塩酸 540mL~~ を用い、~~1 mol/L 塩酸に準じて調製し、~~ 標定する。

2 mol/L 塩酸 1000mL 中 塩酸 (HCl , 分子量 36.46) 72.92 g を含む。

塩酸 180mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

標定 炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 2.6~2.8 g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する (指示薬ブロモフェノールブルー試液 2 滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、直ちに滴定を続ける。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。

なお、滴定時は炭酸ガス（二酸化炭素）が大量に発生するので、注意する。

$$2 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 105.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.10599 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f ：2 mol/L 塩酸のファクター

m ：炭酸ナトリウム（標準物質）の採取量（g）

A ：炭酸ナトリウム（標準物質）の含量（%）

V ：2 mol/L 塩酸の消費量（mL）

1 mol/L 塩酸 1,000 mL 中塩酸（HCl，分子量 36.46）36.46 g を含む。

塩酸 90 mL を量り、水を加えて 1,000 mL とする。

標定 ~~あらかじめ約 270°C で 1 時間乾燥した炭酸ナトリウム（標準試薬）約 1.5 g~~ 炭酸ナトリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.3～1.4 g を精密に量り、水 70 mL を加えて溶かし、この塩酸本液で滴定する。ただし、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸は行わない。終点の確認は、電位差計又は指示薬（プロモフェノールブルー試液 2 滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は、水 50 mL を加えて溶かし、本液で滴定する。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、直ちに滴定を続ける。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。

$$1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 52.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.05299 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f ：1 mol/L 塩酸のファクター

m ：炭酸ナトリウム（標準物質）の採取量（g）

A ：炭酸ナトリウム（標準物質）の含量（%）

V ：1 mol/L 塩酸の消費量（mL）

0.5 mol/L 塩酸 1,000 mL 中塩酸（HCl，分子量 36.46）18.23 g を含む。

塩酸 45 mL を用い、1 mol/L 塩酸に準じて調製し、~~標定~~する。

炭酸ナトリウム（標準物質）は、0.6～0.7 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

$$0.5 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 26.497 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f ：0.5 mol/L 塩酸のファクター

m ：炭酸ナトリウム（標準物質）の採取量（g）

A ：炭酸ナトリウム（標準物質）の含量（%）

V ：0.5 mol/L 塩酸の消費量（mL）

0.2 mol/L 塩酸 1,000 mL 中塩酸（HCl，分子量 36.46）7.292 g を含む。

1 mol/L 塩酸に水を加えて 5 倍容量に薄めるか、又は塩酸 18 mL を用いて、1 mol/L 塩酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム（標準物質）は、0.26～0.30 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.2mol/L 塩酸 1 mL = 10.60mgNa₂CO₃
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.01060 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.2mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.2mol/L 塩酸の消費量 (mL)

0.1mol/L 塩酸 ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 3.646 g を含む。

1 mol/L 塩酸に水を加えて 10 倍容量に薄めるか、又は塩酸 ~~9.0mL~~ を用いて、1 mol/L 塩酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム (標準物質) は、0.13~0.16 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.1mol/L 塩酸 1 mL = 5.299mgNa₂CO₃
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 塩酸の消費量 (mL)

0.05mol/L 塩酸 1000mL 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 1.823 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 2 倍容量に薄め、標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 20 倍容量に薄め、標定は行わず、1 mol/L 塩酸のファクターを用いる。

0.02mol/L 塩酸 ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 0.7292 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 5 倍容量に薄め、~~1mol/L 塩酸に準じて標定する。~~標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 50 倍容量に薄め、標定は行わず、1mol/L 塩酸のファクターを用いる。

0.01mol/L 塩酸 ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 0.3646 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 10 倍容量に薄め、~~1mol/L 塩酸に準じて標定する。~~標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 100 倍容量に薄め、標定は行わず、1 mol/L 塩酸のファクターを用いる。

~~0.5mol/L 塩酸ヒドロキシルアミン溶液~~ 0.5mol/L 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 →0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液の前に移動

~~0.5mol/L 塩酸溶液、メタノール製~~ 0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液 【0.5mol/L メタノール製塩酸溶液】 ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 18.23 g を含む。

塩酸 ~~45mL~~ を量り、水 ~~45mL~~ を加えた後、メタノールを加えて ~~1,000mL~~ とする。用時、1 0.5mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液 1 mL = 26.497mgNa₂CO₃
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.5mol/L塩酸・メタノール溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L過塩素酸液 ~~1,000mL~~ 中過塩素酸 (HClO₄, 分子量 100.46) 10.05 g を含む。

~~過塩素酸約 8.5mL を量り, 1,000mL のメスフラスコに入れ, 酢酸 950mL を加えてよく振り混ぜ, 無水酢酸 15mL を 1mL ずつよく振り混ぜながら加えた後, 酢酸を加えて 1,000mL とし, 一夜放置する。~~

~~標定 あらかじめ 120°C で 1 時間乾燥したフタル酸水素カリウム約 0.4 g を精密に量り, 酢酸 50mL を加え, 水浴上で加熱して溶かし, この過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1mL)。終点は, 液の紫色が青色になるときとする。~~

~~規定度係数 = (フタル酸水素カリウムの採取量 (g) × 1,000 × 10) / (0.1mol/L 過塩素酸液の消費量 (mL) × 204.2)~~

あらかじめ水分を測定した非水滴定用酢酸 1000 g を量る。濃度既知の過塩素酸 (含量 70~72%) 14 g を加え, 次の式によって算出した無水酢酸を加え混合した後, 密栓して保存する。調製後 1 時間以上放置したものをを用いる。

$$m = \{ (1000 \times W_1 / 100 + 14 \times W_2 / 100) - 0.5 \} \times 5.7$$

ただし, m : 無水酢酸の質量 (g) (水分含量 0.05% に調節するための量)

W₁ : 非水滴定用酢酸の水分 (%)

W₂ : [100 - 過塩素酸の濃度 (%)] から求めた過塩素酸の水分 (%)

標定 フタル酸水素カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.5~0.6 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 50mL を加え, 本液で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極はガラス電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に, 非水滴定用酢酸 50mL を量り, 同一条件で空試験を行い滴定量を補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.422mg フタル酸水素カリウム

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / \{ 0.020422 \times (V - V_0) \} \times A / 100$$

ただし, f : 0.1mol/L 過塩素酸のファクター

m : フタル酸水素カリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : フタル酸水素カリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 過塩素酸の消費量 (mL)

V₀ : 空試験の 0.1mol/L 過塩素酸の消費量 (mL)

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中過マンガン酸カリウム (KMnO₄, 分子量 158.03) 3.161 g を含む。

~~過マンガン酸カリウム約 3.32 g を量り, 水 ~~1,000mL~~ 1050mL を加えて溶かし, 15 分間煮沸し, 密栓したフラスコ中に少なくとも 2 日間放置した後, 1~2 時間穏やかに沸騰させた後, 約 18 時間暗所に放置する。その上澄液をガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。遮光した共栓瓶に保存し, たびたび標定し直す。~~この場合, ガラスろ過器は, ろ過の前に水洗はしない。熱水などで洗浄し, 乾燥した褐色瓶に密栓して保存する。

標定 あらかじめ 110°C で恒量になるまで乾燥したシュウ酸ナトリウム (標準試薬) 約 0.2 g を精密

~~に量り、水約 250ml を加えて溶かし、硫酸 7ml を加え、約 70°C に加熱し、熱時、この過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。~~シュウ酸ナトリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.20~0.24 g を精密に量り、水 200ml を加えて溶かす。硫酸（1→2）20ml を加え、液を 70°C に加熱する。直ちに、調製した本液を、緩くかき混ぜながら、滴定所要量の約 2ml 手前まで加える。液の赤色が消えるまで放置後、引き続き本液で滴定する。終点は、液の淡赤色が約 15 秒間残るときとする。又は、終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は白金電極を、参照電極は銀-塩化銀電極又はガラス電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に、水 200ml 及び硫酸（1→2）20ml を混合し、同一条件で空試験を行い滴定量を補正する。

なお、いずれの滴定においても終点の液の温度は、60°C 以上とする。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 ~~ml~~ml = 6.700mgNa₂C₂O₄
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / \{0.006700 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、f : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

m : シュウ酸ナトリウム（標準物質）の採取量（g）

A : シュウ酸ナトリウム（標準物質）の含量（%）

V : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量（ml）

V₀ : 空試験の 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量（ml）

~~15mol/L ギ酸 1,000ml 中ギ酸（HCOOH、分子量 46.03）690.4g を含む。~~

~~ギ酸 705g を量り、水を加えて 1,000ml とする。~~

~~標定 本液 1ml を正確に量り、水を加えて 50ml とし、0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。~~

0.1mol/L 酢酸亜鉛溶液 1,000~~ml~~ml 中酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物（Zn（CH₃COO）₂・2H₂O、分子量 219.53~~0~~）21.95g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物約 22g を量り、酢酸 2ml 及び水 ~~100ml~~1000ml 及び酢酸（1→20）10ml を加えて溶かした後、水を加えて 1,000ml とする。密栓して保存する。

標定 本液 ~~20ml~~25ml を正確に量り、水 75ml 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液（pH10.7）~~6ml~~アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2ml 及び水を加えて約 100ml とし、0.1mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg）。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 酢酸亜鉛溶液のファクター

f₁ : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量（ml）

0.02mol/L 酢酸亜鉛溶液 1,000~~ml~~ml 中酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物（Zn（CH₃COO）₂・2H₂O、分子量 219.53~~0~~）~~4.391~~4.390g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 4.43g を量り、酢酸 2ml 及び水 ~~20ml~~1000ml 及び酢酸（1→20）~~2ml~~を加えて溶かし、水を加えて 1,000ml とする。た後、密栓して保存する。

標定 本液 ~~25 mL~~ を正確に量り、水 75 mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて約 ~~100 mL~~ とし、0.02 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ~~エリオクロムブラック T 試液 3 滴~~ エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50 mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.02 mol/L 酢酸亜鉛溶液のファクター

$$f_1 : 0.02 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.02 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$

0.01 mol/L 酢酸亜鉛溶液 ~~1,000 mL~~ 中 酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 分子量 219.530) 2.195 g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物約 2.2 g を量り、酢酸 2 mL 及び水 1000 mL を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とするた後、密栓して保存する。

標定 本液 ~~25 mL~~ を正確に量り、水 75 mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて約 ~~100 mL~~ とし、0.01 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ~~エリオクロムブラック T 試液 3 滴~~ エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50 mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.01 mol/L 酢酸亜鉛溶液のファクター

$$f_1 : 0.01 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.01 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$

0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液 ~~1,000 mL~~ 中 酢酸ナトリウム ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 分子量 ~~136.0882.03~~ 18.618.203 g) を含む。

酢酸ナトリウム 8.20 g を量り、非水滴定用酢酸 1000 mL を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とするた後、密栓して保存する。

標定 本液 ~~25 mL~~ を正確に量り、酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (~~指示薬 α -ナフトールベンゼイン試液 1 mL~~)。終点は、液の黄褐色が黄色を経て緑色を呈するときとする。空試験を行い補正する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液のファクター

$$f_1 : 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸のファクター}$$

$$V : 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸の消費量 (mL)}$$

0.1 mol/L 酢酸マグネシウム溶液 ~~1,000 mL~~ 中 酢酸マグネシウム酢酸マグネシウム四水和物 ($\text{Mg}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 分子量 214.465) 21.45 g を含む。

~~酢酸マグネシウム~~ 酢酸マグネシウム四水和物 21.5 g を量り、水を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とする。

標定 本液 ~~10 mL~~ 25 mL を正確に量り、水 ~~約 50 mL~~ 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 3 mL を加える。約 40°C に加熱しながら指示薬を加え、~~0.05 mol/L EDTA~~ 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 ~~エリオクロムブラック T 試液 3 滴~~ エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム 指示薬 50 mg)。終点は液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1 mol/L 酢酸マグネシウム溶液のファクター

f_1 : 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.1 mol/L 三塩化チタン~~ 溶液 0.1 mol/L 塩化チタン (III) 溶液 → 0.1 mol/L 塩化ナトリウム 溶液
の前に移動

次亜硫酸ナトリウム用 0.05 mol/L ヨウ素 溶液 0.05 mol/L ヨウ素溶液, 次亜硫酸ナトリウム用を見よ。

~~1/60 mol/L 重クロム酸カリウム~~ 溶液 1/60 mol/L ニクロム酸カリウム 溶液 → 0.5 mol/L メタノール製塩酸 溶液の前に移動

0.05 mol/L シュウ酸 溶液 ~~1,000 mL~~ 中 ~~シュウ酸~~ シュウ酸二水和物 ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$, 分子量 126.07) 6.303 g を含む。

シュウ酸 シュウ酸二水和物 6.45 g を量り、水を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とする。遮光した共栓瓶に密栓して 保存する。

標定 本液 ~~25 mL~~ を正確に量り、~~硫酸 (1→20) 200 mL~~ を加え、約 70°C に加熱し、熱時、新たに標定した ~~0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム~~ 溶液で滴定する。硫酸 (1→21) 200 mL を加えた後、液温を 70°C にし、緩くかき混ぜながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム 溶液を、滴定所要量の約 2 mL 手前まで加える。液の赤色が消えるまで放置後、引き続き 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム 溶液で滴定する。終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。別に、硫酸 (1→21) 200 mL を量り、空試験を行い滴定量を補正する。なお、いずれの滴定においても終点の液の温度は、60°C 以上とする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.05 mol/L シュウ酸溶液のファクター

f_1 : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)

0.05 mol/L 臭素 溶液 1000 mL 中臭素 (Br_2 , 分子量 159.81) 7.990 g を含む。

臭素酸カリウム 3 g 及び臭化カリウム 15 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。褐色瓶に密栓して 保存する。

標定 本液 25 mL を正確に量り、水 100 mL 及び硫酸 (1→5) 10 mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜる。次にヨウ化カリウム 2 g を加えて、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜ、暗所に 2~3 分放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3

mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。同一条件で空試験を行い滴定量を補正する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times (V - V_0) / 25$$

ただし、 f : 0.05mol/L臭素溶液のファクター

f_1 : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

V_0 : 空試験の 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L硝酸 1000mL中硝酸 (HNO₃, 分子量 63.01) 6.301 g を含む。

硝酸 7 mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

標定 炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.13~0.16 g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する。ただし、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸は行わない。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (プロモフェノールブルー試液 2 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、直ちに滴定を続ける。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色になるときとする。

0.1mol/L硝酸 1 mL = 5.299mgNa₂CO₃

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.1mol/L硝酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L硝酸の消費量 (mL)

0.1mol/L硝酸銀溶液 ~~1,000mL~~ 中硝酸銀 (AgNO₃, 分子量 169.87) 16.99 g を含む。

硝酸銀 ~~約 17.5 g~~ を量り、水 ~~1,000mL~~ を加えて溶かして 1000mL とする。 ~~密栓し、遮光して暗所に保存する。~~

標定 ~~0.1mol/L塩化ナトリウム溶液 25mL~~ を正確に量り、~~水 50mL~~ 及び ~~クロム酸カリウム溶液 (1→20) 1 mL~~ を加え、~~振り混ぜながらこの硝酸銀溶液で持続する淡赤褐色を呈するまで滴定する。~~ 塩化ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.14~0.17 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かし、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は、指示薬 (ウラン試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極は白金電極又は銀指示電極を、参照電極は銀比較電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の色が赤みを帯びるときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液 1 mL = 5.844mgNaCl

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005844 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.1mol/L硝酸銀溶液のファクター

m : 塩化ナトリウムの採取量 (g)

A : 塩化ナトリウムの含量 (%)

V : 0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L硝酸銀溶液 1000mL 中硝酸銀 (AgNO₃, 分子量 169.87) 8.495 g を含む。

硝酸銀 8.5 g を量り, 水を加えて溶かして 1000mL とした後, 密栓し, 遮光して暗所に保存する。
標定 塩化ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.07~0.09 g を精密に量り, 水 70mL を加えて溶かし, 本液で滴定する。終点の確認は, 電位差計又は指示薬 (ウラニン試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は, 指示電極は銀電極を, 参照電極は銀比較電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は, 水 50mL を加えて溶かし, 本液で滴定する。終点は, 液の色が赤みを帯びるときとする。

0.05mol/L硝酸銀溶液 1 mL = 2.922mgNaCl

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.002922 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.05mol/L硝酸銀溶液のファクター

m : 塩化ナトリウムの採取量 (g)

A : 塩化ナトリウムの含量 (%)

V : 0.05mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L硝酸鉛 (II) 溶液 1000mL 中硝酸鉛 (II) (Pb (NO₃)₂, 分子量 331.21) 16.56 g を含む。

硝酸鉛 (II) 17.0 g を量り, メスフラスコに入れ, 硝酸 (1→51) 25mL を加えて溶かし, 水で 1000mL とする。

標定 本液 25mL を正確に量り, ヘキサメチレンテトラミン溶液 (1→10) 10mL を加え, 硝酸 (1→11) を用いて pH5.2~5.4 に調整し, 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液数滴)。終点は, 液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし, f : 0.05mol/L硝酸鉛 (II) 溶液のファクター

f₁ : 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

☆0.1mol/L硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液 【0.1mol/L硫酸第二セリウム溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~硫酸第二セリウム (Ce (SO₄)₂, 分子量 332.24) 33.22 g~~ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) (Ce (NH₄)₂ (NO₃)₆) 分子量 548.22) 54.82 g を含む。

~~硝酸セリウムアンモニウム~~ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 55.7 g を量り, ビーカーに入れ, 硫酸 ~~31mL~~ (3→53) 500mL を加えて混和し溶かし, 水 ~~20mL~~ ずつを注意深く加えて溶かす。ビーカーにふたをして一夜放置した後, ガラスろ過器を用いてろ過し, 水を加えて ~~1,000mL~~ とする。し, 約 18 時間放置した後, 必要ならばろ過する。密栓して保存する。

標定 ~~あらかじめ 100°C で 1 時間乾燥した三酸化ヒ素 (標準試薬) 約 0.2 g を精密に量り, 水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 25mL を加え, 振り混ぜて溶かす。次に水 100mL を加え, 硫酸 (1→3) 10mL, オルトフェナントロリン試液 2 滴及びオスミウム酸・0.05mol/L硫酸溶液 (1→400) 2~~

~~滴を加え、この硫酸第二セリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤色が淡青色になるときとする。~~
0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(II)溶液25mLを正確に量り、リン酸5mLを加え、本液で滴定する(指示薬 フェロイン試液 約0.2mL)。終点は、液の色が赤褐色から青緑色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、f : 0.1mol/L硝酸二アンモニウムセリウム(IV)溶液のファクター

f₁ : 0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(II)溶液のファクター

V : 0.1mol/L硝酸二アンモニウムセリウム(IV)溶液の消費量(mL)

~~規定度係数 = (三酸化ヒ素の採取量(g) × 1,000) / (0.1mol/L硫酸第二セリウム溶液の消費量(mL) × 4.946)~~

0.01mol/L硝酸ビスマス溶液 1,000mL中硝酸ビスマス硝酸ビスマス五水和物(Bi(NO₃)₃ · 5H₂O, 分子量485.07) 4.851gを含む。

~~硝酸ビスマス硝酸ビスマス五水和物 4.869gを量り、硝酸(1→10.3) 60mL20mLを加えて溶かし、~~
水1000mLを加えて溶かした後1,000mLと密栓して保存する。

標定 本液25mLを正確に量り、水50mLを加え、硝酸(1→3)を用いてpH1~2に調整する。

0.01mol/LEDTAエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 キシレノールオレンジ試液1数滴)。終点は、液の色が赤色から黄色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.01mol/L硝酸ビスマス溶液のファクター

f₁ : 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量(mL)

1mol/L水酸化カリウム溶液 1,000mL中水酸化カリウム(KOH, 分子量56.11) 56.11gを含む。

~~水酸化カリウム約70gを用い、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定する。~~

水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液(高純度)又は水酸化カリウム溶液(半導体用)の水酸化カリウムとして70gに相当する量をポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水(二酸化炭素除去)1000mLを加えて溶かした後、密栓して二酸化炭素を遮り、4~5日間放置する。その上澄液をポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 アミド硫酸(標準物質)の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その2.4~2.6gを精密に量り、水70mLを加えて溶かした後、本液で滴定をする。終点の確認は、電位差計又は指示薬(プロモチモールブルー試液数滴)を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の色が黄色から帯青緑色に変わるときとする。

1mol/L水酸化カリウム溶液1mL=97.09mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.09709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 1mol/L水酸化カリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 1 mol/L 水酸化カリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5mol/L 水酸化カリウム溶液 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 28.05 g を含む。~~

~~1 mol/L 水酸化カリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 2 倍容量に薄めるか、又は水酸化カリウム約 35 g を用いて 1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて標定する。~~

0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 5.611 g を含む。

~~1 mol/L 水酸化カリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 10 倍容量に薄めるか、又は水酸化カリウム約 7 g を用いて 1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて標定する。~~

水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液 (高純度) 又は水酸化カリウム溶液 (半導体用) の水酸化カリウムとして 7 g に相当する量を用い、1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 0.24~0.26 g とし、1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて標定する。

0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 1 mL=9.709mg H₂O S O₂ NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5mol/L 水酸化カリウム溶液, エタノール製~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 **【0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液】** 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 28.05 g を含む。

~~水酸化カリウム約 35 g を量り、水 20mL を加えて溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて 1,000mL とし、共栓又はゴム栓で密栓した容器に入れて 24 時間放置し、上澄液を別の瓶に速やかに傾斜し、ゴム栓で密栓し、遮光して保存する。~~

~~標定 0.5mol/L 塩酸 25mL を正確に量り、水 50mL を加え、このエタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。~~

水酸化カリウム 35 g を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水 (二酸化炭素除去) 20mL を加えて溶かした後、エタノール (無アルデヒド) を加えて 1000mL とし、混合する。密栓して二酸化炭素を遮り、2~3 日間放置した後、その上澄液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 0.25mol/L 硫酸 25mL を正確に量り、水 (二酸化炭素除去) 50mL を加え、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (フェノールフタレイン溶液 3 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極 (非水滴定用) を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

$$f_1 : 0.25\text{mol/L硫酸のファクター}$$

$$V : 0.5\text{mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (mL)}$$

~~0.1mol/L水酸化カリウム溶液, エタノール製~~ 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 【0.1mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液】 ~~1,000mL~~ 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 5.611 g を含む。

~~水酸化カリウム約7gを用い、0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液に準じて調製し、標定する。~~

水酸化カリウム7gを高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水(二酸化炭素除去)20mLを加えて溶かした後、エタノール(無アルデヒド)を加えて1000mLとし、混合する。密栓して二酸化炭素を遮り、2~3日間放置した後、その上澄液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 0.05mol/L硫酸25mLを正確に量り、水(二酸化炭素除去)50mLを加え、本液で滴定する。

終点の確認は、電位差計又は指示薬(フェノールフタレイン溶液3滴)を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極(非水滴定用)を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

$$f_1 : 0.05\text{mol/L硫酸のファクター}$$

$$V : 0.1\text{mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (mL)}$$

~~0.02mol/L水酸化カリウム溶液, エタノール製~~ 0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液

【0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液】 ~~1,000mL~~ 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 1.122 g を含む。

~~0.1mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液に無アルデヒドエタノールを加えて5倍容量に薄める。0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液に準じて標定する。~~

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液にエタノール(無アルデヒド)を加えて5倍容量に薄める。

標定 0.01mol/L硫酸25mLを正確に量り、水(二酸化炭素除去)50mLを加え、本液で滴定する。

終点の確認は、電位差計又は指示薬(フェノールフタレイン溶液3滴)を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極(非水滴定用)を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

$$f_1 : 0.01\text{mol/L硫酸のファクター}$$

V : 0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (mL)

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 40.00 g を含む。

~~水酸化ナトリウム 45 g を量り、水約 950mL を加えて溶かし、新たに調製した水酸化バリウム飽和溶液を、沈殿がもはや生じなくなるまで加える。液をよく振り混ぜた後、密栓し、一夜放置する。上澄液を傾斜するか、又は液をろ過する。本液は、ゴム栓で密栓するか、又は二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた瓶に保存し、たびたび標定し直す。~~
水酸化ナトリウム 40 g を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水 (二酸化炭素除去) 100mL を加えて溶かし、冷却後、高密度ポリエチレン等の樹脂製気密容器に移し、一昼夜以上放置する。その液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に移し、水 (二酸化炭素除去) を加えて 1000mL とし、混合する。密栓して保存する。

水酸化ナトリウム溶液 (高純度) 又は水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の水酸化ナトリウムとして 40 g に相当する量を、水 (二酸化炭素除去) 1000mL に溶かし、その液を約 1 時間かくはんする。必要があれば、約 24 時間放置後、0.2µm のフィルターでろ過する。高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

又は、水酸化ナトリウム 165 g をポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水 (二酸化炭素除去) 150mL を加えて溶かした後、密栓して二酸化炭素を遮り 4 ~ 5 日間放置する。その上澄液 54mL を 1000mL のポリエチレン等の樹脂製容器に入れ、水 (二酸化炭素除去) を加えて 1000mL とし、混合する。高密度ポリエチレンなどの樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 ~~フタル酸水素カリウムを粉末とし、100°C で 3 時間乾燥し、その約 5 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 75mL を加えて溶かし、この水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬フェノールフタレイン試液 2 滴)。~~
アミド硫酸 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 2.4 ~ 2.6 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かした後、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (プロモチモールブルー試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の色が黄色から帯青緑色に変わるときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 97.09mg H O S O₂ N H₂
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.09709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 20.00 g を含む。

~~水酸化ナトリウム約 22 g を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~

水酸化ナトリウム 20 g、水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 27mL 又は水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 27mL を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 1.2 ~ 1.3 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定

する。

0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL=48.55mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.04855 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 18.00 g を含む。

~~水酸化ナトリウム約 20 g を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~

水酸化ナトリウム 18 g, 水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 24.3mL 又は水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 24.3mL を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 1.08~1.17 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL=43.69mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.04369 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 9.999 g を含む。

~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 4 倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 11 g を用いて 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて 4 倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 10 g, 水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 13.5mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 13.5mL を用いて 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 0.60~0.65 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL=24.27mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.02427 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 7.999 g

を含む。

~~1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて5倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約9 gを用いて1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水（二酸化炭素除去）を加えて5倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約8 g、水酸化ナトリウム溶液（高純度）の上澄液 10.8mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液（半導体用）の上澄液 10.8mL を用いて1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸（標準物質）の採取量を0.48~0.52 gとし、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=19.42mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.01942 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1=000mL~~中水酸化ナトリウム（NaOH、分子量40.00）4.000 gを含む。

~~1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約4.5 gを用いて1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水（二酸化炭素除去）を加えて10倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約4.5 g、又は水酸化ナトリウム溶液（高純度）の上澄液 5.4mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液（半導体用）の上澄液 5.4mL を用いて1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸（標準物質）の採取量を0.24~0.26 gとし、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=9.709mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1=000mL~~中水酸化ナトリウム（NaOH、分子量40.00）2.000 gを含む。

~~1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて20倍容量に薄める。1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水（二酸化炭素除去）を加えて20倍容量に薄める。標定は行わず、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸（標準物質）の採取量を0.12~0.13 gとし、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=4.855mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.004855 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 0.7999 g を含む。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて5倍容量に薄める。~~1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて5倍容量に薄める。標定は行わず、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸 (標準物質) の採取量を48~52mgとし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=1.942mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.001942 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 0.400 g を含む。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄める。~~1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて10倍容量に薄める。標定は行わず、1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸 (標準物質) の採取量を24~26mgとし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=0.9709mgHOSO₂NH₂

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.0009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液 ~~1,000mL~~ 中チオシアン酸アンモニウム (NH₄SCN, 分子量 76.12) 7.612 g を含む。

チオシアン酸アンモニウム約8gを量り、水~~1,000mL~~を加えて溶かす。~~本液は、0.1mol/Lチオシアン酸カリウム溶液で代用してもよい。~~した後、密栓して保存する。

標定 0.1mol/L硝酸銀溶液 ~~30mL~~25mLを正確に量り、共栓フラスコに入れ、水~~50mL~~25mL、硝酸2mL及びニトロベンゼン10mLを加え、硫酸第二鉄アンモニウム試液2mLを加え、振り混ぜながら、このチオシアン酸アンモニウム溶液で液が持続する赤褐色を呈するまでよくかき混ぜながら

本液で滴定する(指示薬 硫酸アンモニウム鉄(III)・硝酸試液 2 mL)。終点は、液の色が褐色になるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクター

f_1 : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

V : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (mL)

0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液 1000 mL 中チオシアン酸アンモニウム (NH_4SCN , 分子量 76.12) 3.806 g を含む。

チオシアン酸アンモニウム 4 g を量り、水 1000 mL を加えて溶かした後、密栓して保存する。

標定 0.05 mol/L 硝酸銀溶液 25 mL を正確に量り、水 25 mL、硝酸 2 mL 及びニトロベンゼン 10 mL を加え、よくかき混ぜながら本液で滴定する(指示薬 硫酸アンモニウム鉄(III)・硝酸試液 2 mL)。終点は、液の色が褐色になるときとする。必要に応じて、用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 f : 0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクター

f_1 : 0.05 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

V : 0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (mL)

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 ~~1,000 mL~~ 中 ~~チオ硫酸ナトリウム~~ チオ硫酸ナトリウム五水和物 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 分子量 ~~248.19~~ 248.18) 24.82 g を含む。

~~チオ硫酸ナトリウム~~ チオ硫酸ナトリウム五水和物 約 26 g 及び 無水炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム 0.2 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 (溶存酸素除去) 1000 mL を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とした後、密栓して保存する。~~本液は、たびたび標定し直す。~~調製後 2 日間放置したものを用いる。

標定 ~~本液で 0.05 mol/L ヨウ素溶液を滴定するか、又は次のように 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム溶液を滴定して標定する。~~

~~1/60 mol/L 重クロム酸カリウム溶液 30 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、水 50 mL、ヨウ化カリウム 2 g 及び塩酸 5 mL を加え、密栓して 10 分間放置する。次に水 100 mL を加え、このチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 ~~デンプン試液 4 mL~~)。ヨウ素酸カリウム(標準物質)の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.9~1.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。その 25 mL を正確に量り、水 75 mL、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸(1→2) 2 mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に 5 分間放置し、本液で滴定する(指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に、水 100 mL 及びヨウ化カリウム 2 g を量り、硫酸(1→2) 2 mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に 5 分間放置し、同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。~~

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.5667 mg KIO_3

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.0035667 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、 f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

m : ヨウ素酸カリウム(標準物質)の採取量 (g)

A : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

V₀ : 空試験の 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1000mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃・5H₂O, 分子量 248.18) 12.41 g を含む。

チオ硫酸ナトリウム五水和物 13 g 及び炭酸ナトリウム 0.2 g を量り, 水 (溶存酸素除去) 1000mL を加えて溶かした後, 密栓して保存する。調製後 2 日間放置したものを用いる。

標定 ヨウ素酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.4 ~0.5 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 250mL とする。その 25mL を正確に量り, 水 75mL, ヨウ化カリウム 1 g 及び硫酸 (1→2) 2 mL を加え, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて, 暗所に 5 分間放置し, 本液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし, デンプン試液は, 終点近くで液がうすい黄色になったときに加え, 終点は, 液の青色が消えるときとする。別に, 水 100mL 及びヨウ化カリウム 1 g を量り, 硫酸 (1→2) 2 mL を加え, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて, 暗所に 5 分間放置し, 同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。

0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL=1.7833mg K I O₃

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.0017833 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし, f : 0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

m : ヨウ素酸カリウムの採取量 (g)

A : ヨウ素酸カリウムの含量 (%)

V : 0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

V₀ : 空試験の 0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1,000mL 中チオ硫酸ナトリウムチオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃・5H₂O, 分子量 ~~248.19~~248.18) 2.482 g を含む。

~~0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 10 倍容量に薄め, 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に準じて用時標定する。~~チオ硫酸ナトリウム五水和物 2.6 g と炭酸ナトリウム 0.2 g を量り, 水 (溶存酸素除去) 1000mL を加えて溶かした後, 密栓して保存する。調製後 2 日間放置したものを用いる。

標定 ヨウ素酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.3 ~0.4 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 250mL とする。その 25mL を正確に量り, 水 75mL, ヨウ化カリウム 1 g 及び硫酸 (1→2) 2 mL を加え, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて, 暗所に 5 分間放置し, 本液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし, デンプン試液は, 終点近くで液がうすい黄色になったときに加え, 終点は, 液の青色が消えるときとする。別に, 水 100mL 及びヨウ化カリウム 1 g を量り, 硫酸 (1→2) 2 mL を加え, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて, 暗所に 5 分間放置し, 同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL=0.35667mg K I O₃

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.00035667 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし, f : 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

m : ヨウ素酸カリウムの採取量 (g)

A : ヨウ素酸カリウムの含量 (%)

V : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

V₀ : 空試験の 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1,000mL中チオ硫酸ナトリウムチオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃ · 5H₂O, 分子量 ~~248.19~~248.18) 1.241 g を含む。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて20倍容量に薄め、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に準じて用時標定する。10mLを200mLのメスフラスコに正確に量り、水(溶存酸素除去)を標線まで加えて混合する。用時調製する。標定は行わず、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクターを用いる。

☆1/60mol/Lニクロム酸カリウム溶液 【1/60mol/L重クロム酸カリウム溶液】1,000mL中重クロム酸カリウムニクロム酸カリウム (K₂Cr₂O₇, 分子量 294.18) 4.903 g を含む。

重クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末にして120°Cで恒量になるまで乾燥し、その4.903gニクロム酸カリウム(標準物質)の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その4.9~5.0gを正確に精密に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。密栓して保存する。

1/60mol/Lニクロム酸カリウム溶液 1mL=4.903mgK₂Cr₂O₇

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 4.903 \times A / 100$$

ただし、f : 1/60mol/Lニクロム酸カリウム溶液のファクター

m : ニクロム酸カリウム(標準物質)の採取量 (g)

A : ニクロム酸カリウム(標準物質)の含量 (%)

又は、ニクロム酸カリウム 5 g を量り、水(溶存酸素除去)を加えて溶かし、水(溶存酸素除去)で1000mLにする。密栓して保存する。

標定 本液 25mL を 300mL の共通すり合わせ三角フラスコに正確に量り、水 50mL 及びヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かした後、硫酸(1→6) 6mL を加える。直ちに栓をして穏やかに振り混ぜ、暗所に5分間放置した後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の色が青緑色になるときとする。別に、水 50mL 及びヨウ化カリウム 2 g を量り、硫酸(1→6) 5mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に5分間放置し、同一条件で空試験を行い補正する。

$$f_1 = f_2 \times (V - V_0) / 25$$

ただし、f₁ : 1/60mol/Lニクロム酸カリウム溶液のファクター

f₂ : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V₁ : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

V₀ : 空試験の 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.5mol/Lメタノール製塩酸溶液 0.5mol/L塩酸溶液、メタノール製を見よ。

0.5mol/Lメタノール製モルホリン溶液 0.5mol/Lモルホリン溶液、メタノール製を見よ。

0.5mol/Lモルホリン溶液、メタノール製 0.5mol/Lモルホリン・メタノール溶液 【0.5mol/Lメタノール製モルホリン溶液】1,000mL中モルホリン (C₄H₉NO, 分子量 87.12) 43.56 g を含む。

モルホリン 11mL を量り、メタノールを加えて 250mL とする。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1,000mL中ヨウ素 (I₂, 原子量 ~~126.90~~分子量 253.81) 12.69 g を含

む。

~~ヨウ素約14gを量り、ヨウ化カリウム溶液(9→25)100mlを加えて溶かし、塩酸3滴及び水を加えて1,000mlとする。本液は、共栓瓶に保存し、たびたび標定し直す。~~
ヨウ化カリウム40gを量り、水25mL及びヨウ素13gを加えて溶かした後、水を加えて1000mLとする。これに塩酸3滴を加えて混合した後、密栓し、遮光して暗所に保存する。たびたび標定し直す。

標定 ~~三酸化ヒ素(標準試薬)を粉末とし、100°Cで恒量になるまで乾燥した後、その約0.15gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを加え、必要があれば加熱して溶かす。次に水約40ml及びメチルオレンジ試液2滴を加え、更に液の黄色が淡紅色となるまで塩酸(1→4)を加える。更に炭酸水素ナトリウム2g、水約50ml及びデンプン試液3mlを加えた後、このヨウ素溶液で液が持続する青色を呈するまで滴定する。~~

0.05mol/Lヨウ素溶液1ml=4.946mgAs₂O₃本液25mLを正確に量り、塩酸試液(1mol/L)1mLを加える。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 3mL)。
ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消える点とする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.05mol/Lヨウ素溶液のファクター

f₁ : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量(mL)

0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用 1,000mL中ヨウ素(I₂, 原子量126.90分子量253.81) 12.69gを含む。

~~ヨウ素約13gを量り、ヨウ化カリウム40gにを量り、水25mL及びヨウ素13gを加えて溶かした液に加えて溶かし後、塩酸0.5mL及び水を加えて1,000mLとする。本液は、褐色瓶に入れ、これに塩酸3滴を加えて混合した後、密栓し、遮光して暗所に保存する。~~

標定 本液25mLを正確に量り、塩酸試液(1mol/L)1mLを加える。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、~~液の色が微黄色になってから指示薬を加える。~~デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用のファクター

f₁ : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量(mL)

0.005mol/Lヨウ素溶液 1000mL中ヨウ素(I₂, 分子量 253.81) 1.269gを含む。

0.05mol/Lヨウ素溶液に水を加えて10倍容量に薄め、標定は行わず、0.05mol/Lヨウ素溶液のファクターを用いる。用時調製する。

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液 1000mL中ヨウ素酸カリウム(KIO₃, 分子量 214.00) 10.70gを含む。

ヨウ素酸カリウム(標準物質)の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その10.7~10.8gを精密に量り、1000mLのメスフラスコに入れ、水(溶存酸素除去)を加えて溶かし、更に水(溶

存酸素除去) を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 10.700 \times A / 100$$

ただし、 f : 0.05mol/L ヨウ素酸カリウム溶液のファクター

m : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

又は、ヨウ素酸カリウム 10.7 g を量り、水 (溶存酸素除去) を加えて溶かし、水 (溶存酸素除去) で 1000mL にする。密栓して保存する。

標定 本液 10mL を 200mL の共通すり合わせ三角フラスコなどに正確に量り、水 30mL を加える。ヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに硫酸 (1→6) 5mL を加え、速やかに栓をして、緩く振り混ぜて溶かし、暗所に 5 分間放置後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に、水 30mL 及びヨウ化カリウム 3 g を量り、硫酸 (1→6) 5mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に 5 分間放置し、同一条件で空試験を行って滴定量を補正する。

$$f_1 = f_2 \times (V - V_0) / 30$$

ただし、 f_1 : 0.05mol/L ヨウ素酸カリウム溶液のファクター

f_2 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

V : 滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積 (mL)

V_0 : 空試験の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の体積 (mL)

0.5mol/L 硫酸 ~~1=000mL~~ 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 49.04 g を含む。

水約 ~~1=000mL~~ を量り、かき混ぜながら硫酸 ~~30mL~~ を徐々に加え、20°C になるまで放冷する。密栓して保存する。

標定 ~~1mol/L 塩酸に準じて標定するか、又は次の方法で標定する。~~

~~本液 20mL を正確に量り、500mL のビーカーに入れ、水 250mL 及び塩酸 1mL を加え、沸騰するまで加熱し、絶えずかき混ぜながら徐々に温塩化バリウム溶液 (3→25) を沈殿が完結するまで加え、水浴上で 1 時間加熱する。沈殿を定量分析用ろ紙を用いてろ取し、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、ろ紙とともに乾燥した後、恒量になるまで強熱し、 $BaSO_4$ として精密に質量を量る。炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.3~1.6 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かし、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (ブロモフェノールブルー試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いて、被滴定液を激しくかき混ぜながら本液で滴定を行い、煮沸はしない。終点は第 2 変曲点とする。指示薬を用いる場合は、終点付近で煮沸して二酸化炭素を除き、冷却した後に滴定を行う。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。~~

$$0.5 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 52.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.05299 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.5mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.5mol/L 硫酸の消費量 (mL)

0.25mol/L 硫酸 1,000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 24.52 g を含む。

硫酸 15mL を用い, 0.5mol/L 硫酸に準じて調製し, 標定する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.65~0.80 g とし, 0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。

0.25mol/L 硫酸 1 mL = 26.497mgNa₂CO₃

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.25mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.25mol/L 硫酸の消費量 (mL)

0.1mol/L 硫酸 1,000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 9.808 g を含む。

硫酸 6mL を用い, 0.5mol/L 硫酸に準じて調製し, 標定する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.26~0.32 g とし, 0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。

0.1mol/L 硫酸 1 mL = 10.599mgNa₂CO₃

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.010599 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.1mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 硫酸の消費量 (mL)

0.05mol/L 硫酸 1,000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 4.904 g を含む。

0.5mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄めるか, 又は硫酸 3mL を用いて 0.5mol/L 硫酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.13~0.16 g とし, 0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 5.299mgNa₂CO₃

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.05mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.05mol/L 硫酸の消費量 (mL)

0.025mol/L 硫酸 1,000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 2.452 g を含む。

0.05mol/L 硫酸に水を加えて 2 倍容量に薄め, 0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。標定は行わず, 0.05mol/L 硫酸のファクターを用いる。用時調製する。

0.01mol/L 硫酸 1000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 0.9808 g を含む。

0.1mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄め, 標定は行わず, 0.1mol/L 硫酸のファクターを用いる。

0.005mol/L 硫酸 1,000mL 中硫酸 (H_2SO_4 , 分子量 98.08) 0.4904 g を含む。

0.05mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄め、標定は行わず、0.05mol/L 硫酸のファクターを用いる。用時調製する。~~0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。~~

0.1mol/L 硫酸亜鉛溶液 1,000mL 中硫酸亜鉛硫酸亜鉛七水和物 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 分子量 287.58) 28.76 g を含む。

硫酸亜鉛硫酸亜鉛七水和物 28.829 g を量り、水を加えて溶かして 1,000mL とする。

標定 本液 25mL を正確に量り、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.04g~~40mg を加え、0.1mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する。終点は液の赤紫色が青紫色になるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.1mol/L 硫酸亜鉛溶液のファクター

$$f_1 : 0.1\text{mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.1\text{mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$

~~0.01mol/L 硫酸亜鉛溶液 1,000mL 中硫酸亜鉛 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 分子量 287.58) 2.876 g を含む。~~

~~硫酸亜鉛 2.9 g を量り、水を加えて溶かして 1,000mL とする。~~

~~標定 アルミニウム約 0.5 g を精密に量り、塩酸 20mL を加え、穏やかに加熱して溶かし、水を加えて正確に 1,000mL とする。この液 10mL を正確に量り、あらかじめ水 90mL 及び塩酸 3mL を入れたビーカーにとり、メチルオレンジ試液 1 滴及び 0.02mol/L EDTA 溶液 25mL を加える。アンモニア試液を液の赤色がだいたい黄色に変わるまで滴加した後、酢酸アンモニウム緩衝液 10mL 及びリン酸二アンモニウム緩衝液 10mL を加え、5 分間煮沸して急冷し、キシレノールオレンジ試液 3 滴を加えて混和し、この硫酸亜鉛溶液を液の黄色が赤色を帯びるまで滴加する。次にフッ化ナトリウム 2 g を加え、2~5 分間煮沸して急冷し、遊離した EDTA をこの硫酸亜鉛溶液で液の黄色が赤色を帯びるまで滴定し、次式によって 0.01mol/L 硫酸亜鉛溶液 1mL に対応する酸化アルミニウム (Al_2O_3) の量 (mg) T を求める。~~

$$T = (18.895 \times \text{アルミニウムの採取量 (g)}) / (0.01\text{mol/L 硫酸亜鉛溶液の滴定量 (mL)}) \text{ (mg/mL)}$$

0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 1,000mL 中硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 分子量 392.14) 39.21 g を含む。

水 300mL を量り、硫酸 30mL をかき混ぜながら徐々に加えた後、冷却する。次に硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40 g を量り、冷却した硫酸 (1→2) 100mL を加えて溶かし、及び水を加えて 1,000mL とする。

標定 本液 25mL を正確に量り、0.1mol/L 硫酸第二セリウム溶液で滴定する (指示薬 ~~オルトフェナントロリン試液 2 滴~~)。終点は、~~液の赤色が淡青色に変わるときとする。~~二クロム酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.12 g を精密に量り、水 100mL を加えて溶かした後、硫酸 30mL をかき混ぜながら徐々に加えて冷却し、本液で滴定する (指示薬フェロイン試液 約 0.2mL)。終点は、液の色が青緑色から赤褐色に変わるときとする。

$$0.1\text{mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 } 1\text{ mL} = 4.903\text{mg K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.004903 \times V) \times A / 100$$

ただし、 f : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

m : ニクロム酸カリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : ニクロム酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の消費量 (mL)

又は、本液 25mL を正確に量り、水 25mL 及びリン酸 5mL を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液にうすい赤色が 15 秒間残るときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 f : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

f_1 : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.1mol/L 硫酸第三セリウムアンモニウム溶液 1,000mL 中硫酸第三セリウムアンモニウム ($\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 分子量 632.55) 63.26 g を含む。~~

~~硫酸第三セリウムアンモニウム 64 g を量り、0.5mol/L 硫酸を加えて溶かして 1,000mL とする。用時標定する。~~

~~標定—本液 25mL を正確に量り、水 20mL 及び硫酸 (1→20) 20mL を加え、次にヨウ化カリウム 1 g を加えて溶かし、直ちに 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点の近くで液が淡黄色になったとき、指示薬としてデンプン試液 3mL を加え、終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。~~

~~0.01mol/L 硫酸第三セリウムアンモニウム溶液 1,000mL 中硫酸第三セリウムアンモニウム ($\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 分子量 632.55) 6.326 g を含む。~~

~~0.1mol/L 硫酸第三セリウムアンモニウム溶液に 0.5mol/L 硫酸を加えて 10 倍容量に薄める。~~

~~0.1mol/L 硫酸第三セリウム溶液~~ **0.1mol/L 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液** ~~→0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液の前に移動~~

~~0.1mol/L 硫酸第三鉄アンモニウム溶液 1,000mL 中硫酸第三鉄アンモニウム ($\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 分子量 482.19) 48.22 g を含む。~~

~~硫酸第三鉄アンモニウム 49 g を硫酸 6mL 及び水 300mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1,000mL とする。~~

~~標定—調製した硫酸第三鉄アンモニウム溶液 25mL をヨウ素瓶に正確に量り、塩酸 5mL を加えて振り混ぜ、ヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし、密栓して 10 分間放置した後、水 50mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったときにデンプン試液 3mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い補正する。遮光して保存し、たびたび標定し直す。~~

3. 標準液 (30130718 標準液.doc 反映)

標準液は、食品添加物公定書における試験において、試験の比較の基礎として用いる液である。標準液の調製に計量法に規定する標準液を用いる場合は、酸濃度、安定剤の有無などが使用目的に一致することを確認する。

亜鉛標準液 硫酸亜鉛七水和物 4.40 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、亜鉛 (Zn) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [亜鉛 (Zn) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL に亜鉛 (Zn) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~アルミニウム標準原液 アルミニウム 1.0 g をとり、塩酸 (1 → 2) 60 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 30 mL 及び酢酸アンモニウム緩衝液 (pH 3.0) 5 mL を加え、アンモニア試液を滴加して、約 pH 3 に調整する。更に Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら 0.01 mol/L EDTA 溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分間以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。~~

~~0.01 mol/L EDTA 溶液 1 mL = 0.2698 mg Al~~

硫酸カリウムアルミニウム・12 水 17.6 g を量り、水 10 mL 及び塩酸 (2 → 3) 15 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。本液 1 mL は、アルミニウム (Al) 1 mg を含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [アルミニウム (Al) の濃度 1000 mg/L] を用いてもよい。

アンモニウム標準液 塩化アンモニウム 2.97 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、これに水を加えて正確に 1,000 mL とする。この本液 1 mL はアンモニウム (NH₄) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [アンモニウム (NH₄) の濃度 1000 mg/L] を、1 mL にアンモニウム (NH₄) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

塩化物イオン標準原液 ~~あらかじめ 500 ~ 600 °C で 1 時間加熱乾燥した塩化ナトリウム (標準試薬) 塩化ナトリウム (標準物質) を、認証書等に記載された乾燥方法を用いて乾燥した後、その 0.165 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、塩化物イオン (Cl⁻) 100 µg 0.1 mg を含む。~~

計量法に規定する標準液 [塩化物イオン (Cl⁻) の濃度 1000 mg/L] を、1 mL に塩化物イオン (Cl⁻) 0.1 mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~塩酸ジメチルアミン標準液 塩酸ジメチルアミン 1.116 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、ジメチルホルムアミド (C₂H₅NO) として 1 µg を含む。~~

カリウム標準液 ~~(0.1 mg/mL)~~ 塩化カリウム 1.91 g を量り、水を加えて正確に 1,000 mL とし、する。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は、カリウム (K) として 0.1 mg を含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [カリウム (K) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にカリウ

ム (K) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~カルシウム標準液— (0.1mg/~~mL~~) 炭酸カルシウム2.50g に塩酸 (1→10) 100~~mL~~を量り、水50mL及び塩酸 (2→3) 15mLを加えて溶かし、沸騰しない程度に加熱して二酸化炭素を除いた後、冷却後し、水を加えてで正確に1,000~~mL~~とし、する。この液10~~mL~~にを正確に量り、水を加えて溶かして正確に100~~mL~~とする。本液 1mLは、カルシウム (Ca) 0.1mgを含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。~~

計量法に規定する標準液 [カルシウム (Ca) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にカルシウム (Ca) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~希ホルムアルデヒド標準液—ホルムアルデヒド標準液、希を見よ。~~

~~クロム標準液 クロム酸カリウム0.934gを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1滴及び水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この液10~~mL~~を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1滴及び水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。二クロム酸カリウム2.83gを量り、水50mL及び硝酸 (1→3) 5mLを加えて溶かし、水で1000 mLとする。この液25mLを正確に量り、水を加えて正確に1000~~mL~~とし、この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、クロム (Cr) 2.5 μ gを含む。~~

計量法に規定する標準液 [クロム (Cr) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にクロム (Cr) 2.5 μ g を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~シアン標準液 シアン (CN) 10mgに相当するシアン標準原液 10mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 100~~mL~~及び水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。用時調製する。本液1~~mL~~は、シアン (CN) 0.01mg10 μ gを含む。~~

~~シアン標準原液 シアン化カリウム2.50g (質量分率100%相当)を量り、水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。本液1mLは、シアニオン (CN⁻) 1mgを含む。用時標準し、密栓して冷暗所に保存する。~~

~~標準—本液100~~mL~~を正確に量り、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する (指示薬—パラジメチルアミノベンジリデンロダニン p—ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液0.5~~mL~~)。終点は、液が赤色を呈するときとする。~~

~~0.1mol/L硝酸銀溶液1~~mL~~=5.204mgCN~~

~~臭化物イオン標準原液 あらかじめ110°Cで2時間乾燥した臭化ナトリウム0.129gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、臭化物イオン (Br⁻) 100 μ g0.1mgを含む。~~

計量法に規定する標準液 [臭化物イオン (Br⁻) の濃度 1000mg/L] を、1 mL に臭化物イオン (Br⁻) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~硝酸イオン標準原液 硝酸塩標準液を見よ。~~

~~硝酸塩標準液 硝酸カリウム1.631gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この液10~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、硝酸根イオン (NO₃) 0.1mgを含む。~~

計量法に規定する標準液 [硝酸イオン (NO₃⁻) の濃度 1000mg/L] を、硝酸イオン (NO₃⁻) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~食用青色1号色素前駆体標準原液 食用青色1号 (色素前駆体量0.5%以下) 約0.5gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液を、タール色素試験法の定量法の(1)塩化チタン(III)~~

法(ii)により定量し、0.1mol/L塩化チタン(III)溶液消費量をVとする。滴定後、更に0.1mol/L塩化チタン(III)溶液を1~2滴加え、十分にかくはんし、冷後、水を加えて500mLとし、食用青色1号ロイコ体標準原液とする。以下の手順に従い、食用青色1号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度を求める。まず、次式により、0.1mol/L塩化チタン(III)溶液による還元滴定により生成した色素前駆体濃度A(mg/mL)を求める。

$$A \text{ (mg/mL)} = \frac{V \times 0.1 \times F \times 408.4}{500}$$

ただし、V：塩化チタン(III)溶液消費量(mL)

F：塩化チタン(III)溶液のファクター

次に、食用青色1号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色1号約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)に溶かして100mLとし、検液とする。別に、食用青色1号色素前駆体標準原液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で100mLとし、標準液(1)とする。標準液(1)25mL、5mL及び0.5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で50mLとし標準液(2)、(3)及び(4)とする。標準液(4)2mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で20mLとし標準液(5)とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で、液体クロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計またはフォトダイオードアレイ検出器(測定波長 254nm)

カラム充填剤 5µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

流量 1mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液(7:3)

濃度勾配 A:B(90:10)から(40:60)までの直線濃度勾配を25分間行い、5分間保持する。

各標準液の色素前駆体のピーク面積を測定し、ピーク面積を縦軸に、A(mg/mL)を元にした色素前駆体濃度(mg/mL)を横軸にとり、検量線を作成する。次に、検液の色素前駆体のピーク面積を測定し、得られた検量線から、検液中に含まれる色素前駆体濃度B(mg/mL)を求め、次式により、食用青色1号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色1号中に含まれる色素前駆体含量C(%)を求める。

$$C \text{ (%) } = \frac{B \times 10}{W t} \times \frac{1 + B}{W t \times 10}$$

ただし、W t：食用青1号採取量(g)

次式により、食用青色1号標準原液中の色素前駆体の濃度D(%)を求める。なお、食用青色1号色素前駆体標準原液は冷暗所で保存すれば1年間安定である。

$$D \text{ (mg/mL)} = \frac{(V \times 0.1 \times F \times 408.4) + (C \times W t \times 0.01 \times 1000)}{500}$$

ただし、V：塩化チタン（III）溶液消費量（mL）

F：塩化チタン（III）溶液のファクター

C：食用青色1号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色1号中に含まれていた中の色素前駆体含量（%）

Wt：滴定に用いた食用青色1号の採取量（g）

食用緑色3号色素前駆体標準原液 食用緑色3号（色素前駆体量0.5%以下）約0.5gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液を、タール色素試験法の定量法(1)塩化チタン(III)法(ii)により定量し、0.1mol/L塩化チタン(III)溶液消費量をVとする。滴定後、更に0.1mol/L塩化チタン(III)溶液を1～2滴加え、十分にかくはんし、冷後、水で500mLとし、食用緑色3号色素前駆体標準原液とする。以下の手順に従い、食用緑色3号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度を求める。まず、次式により、0.1mol/L塩化チタン(III)溶液による還元滴定により生成した色素前駆体濃度A（mg/mL）を求める。

$$A \text{ (mg/mL)} = \frac{V \times 0.1 \times F \times 416.4}{500}$$

ただし、V：塩化チタン（III）溶液消費量（mL）

F：塩化チタン（III）溶液のファクター

次に、食用緑色3号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用緑色3号約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）に溶かして100mLとし、検液とする。別に、食用緑色3号色素前駆体標準原液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で100mLとし、標準液(1)とする。標準液(1)25mL、5mL及び0.5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で50mLとし標準液(2)、(3)及び(4)とする。標準液(4)2mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で20mLとし標準液(5)とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で、液体クロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 254 nm）

カラム充填剤 5µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）

移動相B アセトニトリル/水混液（7：3）

濃度勾配

濃度勾配 A：B（85：15）で5分間保持し、A：B（85：15）から（65：35）までの直線濃度勾配を10分間行い、A：B（65：35）で20分間保持する。

各標準液の色素前駆体のピーク面積を測定し、ピーク面積を縦軸に、A（mg/mL）を元にした色素前駆体濃度（mg/mL）を横軸にとり、検量線を作成する。次に、検液の色素前駆体のピーク面積を測定し、得られた検量線から、検液中に含まれる色素前駆体濃度B（mg/mL）を求め、次式により、食用緑色3号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用緑色3号中に含まれる色素前駆体含量C（%）を求める。

$$C (\%) = \frac{B \times 10}{W t} \times \frac{1 + B}{W t \times 10}$$

ただし、 $W t$: 食用緑色 3 号採取量 (g)

次式により、食用緑色 3 号標準原液中の色素前駆体の濃度 D (%) を求める。なお、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液は冷暗所で保存すれば 1 年間安定である。

$$D (\text{mg/mL}) = \frac{(V \times 0.1 \times F \times 416.4) + (C \times W t \times 0.01 \times 1000)}{500}$$

ただし、 V : 塩化チタン (III) 溶液消費量 (mL)

F : 塩化チタン (III) 溶液のファクター

C : 食用緑色 3 号ロイコ体標準原液の調製に用いた食用緑色 3 号中に含まれていた中のロイコ体含量 (%)

$W t$: 滴定に用いた食用緑色 3 号の採取量 (g)

水銀標準液 塩化第二水銀塩化水銀 (II) 0.135g 1.35g を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25 mL 及び水を加えて溶かし、水で正確に 1,000mL とし、 ~~この液 10mL を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25mL 及び水を加えて正確に 1,000mL とする。この液 10mL を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25mL 及び水を加えて、水で正確に 100mL 1000mL とする。~~ 本液 1 mL は、水銀 (Hg) 0.1 μ g を含む。用時調製する。

計量法に規定する標準液 [水銀 (Hg) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL に水銀 (Hg) 0.1 μ g を含むよう、硝酸 (1→3) 25mL 及び水で正確に希釈したものを用いてもよい。

ストロンチウム標準液 ~~(5.01.0mg/mL)~~ 硝酸ストロンチウム 2.42g を量り、水を加えて溶かし、水で正確に 200mL 1000mL とする。本液 1 mL は、ストロンチウム (Sr) 1mg を含む。

計量法に規定する標準液 [ストロンチウム (Sr) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

セレン標準液 亜セレン酸ナトリウム 2.19g を量り、硝酸試液 (0.1mol/L) を加えて溶かして正確に 1,000mL とする。この液 1mL はセレン (Se) 1mg を含む。 ~~セレン標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とする。本液 1 mL は、セレン (Se) 10 μ g を含む。~~

セレン標準原液 亜セレン酸ナトリウム 2.19g (質量分率 100% 相当) を量り、水に溶かして正確に 1000mL にする。本液 1 mL は、セレン (Se) 1mg を含む。

計量法に規定する標準液 [セレン (Se) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

チタン標準液 チタン標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とする。本液 1 mL は、チタン (Ti) 10 μ g を含む。用時調製する。

チタン標準原液 酸化チタン (IV) 0.167g を量り、硫酸アンモニウム 5g 及び硫酸 10mL を加え、加熱して溶かす。冷却後、水に溶かして 100mL にする。本液 1 mL は、チタン (Ti) 1mg を含む。

チロシン標準液 チロシン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その 0.050g 50mg を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて溶かし、 ~~て正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は、チロシン (C₉H₁₁NO₃) 50 μ g を含む。~~

鉄標準液 硫酸第二鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 8.63g を正確に量り、硝酸 (1→10) 20mL 硝酸 (1→3) 25mL 及び水を加えて溶かし、 ~~水で正確に 1,000mL とする。この液~~

10~~mL~~を正確に量り、~~硝酸(1→10) 20mL~~硝酸(1→3) 25mL及び水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、鉄(Fe) ~~0.01mg~~10~~μg~~を含む。遮光して保存する。

計量法に規定する標準液〔鉄(Fe)の濃度 1000mg/L又は100mg/L〕を、1 mLに鉄(Fe) 10~~μg~~を含むよう、硝酸(1→3) 25mL及び水で正確に希釈したものをういてもよい。

ナトリウム標準液— (0.1mg/~~mL~~) 塩化ナトリウム2.54 g ~~に~~を量り、水を加えて正確に1,000~~mL~~とし、この液10~~mL~~~~に~~を正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~とする。本液1 mLは、ナトリウム(Na) 0.1mgを含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液〔ナトリウム(Na)の濃度1000mg/L又は100mg/L〕を、1 mLにナトリウム(Na) 0.1mgを含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

鉛標準液 鉛標準原液 ~~10~~mL~~~~ 1 mLを正確に量り、~~水~~硝酸(1→100)を加えて正確に100~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、鉛(Pb) ~~10~~μg~~~~ 1~~μg~~を含む。用時調製する。

鉛標準液(重金属試験用) 鉛標準原液 10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。本液1 mLは、鉛(Pb) 10~~μg~~を含む。用時調製する。

鉛標準原液 硝酸鉛(II) ~~0.1599 g~~ 0.160 gを量り、硝酸(1→10) 10~~mL~~を加えて溶かし、水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、鉛(Pb) 0.1mgを含む。本液の調製及び保存には可溶性鉛(II)塩を含まないガラス器具を用いる。

計量法に規定する標準液〔鉛(Pb)の濃度 1000mg/L又は100mg/L〕を、1 mLに鉛(Pb) 0.1mgを含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

ニッケル標準液 ~~硫酸ニッケルアンモニウム 6.73 g~~塩化ニッケル(II) 六水和物 4.05 g (質量分率100%相当)を正確に量り、~~塩酸(2→3) 10mL~~及び水を加えて溶かし、水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。この液5~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。本液1~~mL~~はニッケル(Ni) ~~0.005mg~~ 5~~μg~~を含む。

計量法に規定する標準液〔ニッケル(Ni)の濃度1000mg/L又は100mg/L〕を、1 mLにニッケル(Ni) 5~~μg~~を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

乳酸リチウム標準液 乳酸リチウムを105℃で4時間乾燥した後、その0.1066 gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。本液1~~mL~~は、乳酸(C₃H₆O₃) 0.1mgを含む。用時調製する。

バリウム標準液 ~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物 1.779 gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この本液1~~mL~~は、バリウム(Ba) 1mgを含む。

計量法に規定する標準液〔バリウム(Ba)の濃度1000mg/L〕をういてもよい。

比色標準液 表に従い、別記の方法によって調製した各比色標準原液及び水の規定量を0.1~~mL~~以下の目盛のあるビュレット又はピペットを用いて試験管にとり、混和して調製する。

比色標準液の記号	塩化第一コバルト 塩化コバルト(II)比色標準原液 (mL)	塩化第二鉄 塩化鉄(III)比色標準原液 (mL)	硫酸銅(II)比色標準原液 (mL)	水 (mL)
A	0.1	0.4	0.1	4.4
B	0.3	0.9	0.3	3.5
C	0.1	0.6	0.1	4.2

D	0.3	0.6	0.4	3.7
E	0.4	1.2	0.3	3.1
F	0.3	1.2	0.0	3.5
G	0.5	1.2	0.2	3.1
H	0.2	1.5	0.0	3.3
I	0.4	2.2	0.1	2.3
J	0.4	3.5	0.1	1.0
K	0.5	4.5	0.0	0.0
L	0.8	3.8	0.1	0.3
M	0.1	2.0	0.1	2.8
N	0.0	4.9	0.1	0.0
O	0.1	4.8	0.1	0.0
P	0.2	0.4	0.1	4.3
Q	0.2	0.3	0.1	4.4
R	0.3	0.4	0.2	4.1
S	0.2	0.1	0.0	4.7
T	0.5	0.5	0.4	3.6

比色標準原液 比色標準原液は、次の方法で調製し、共栓瓶に保存する。

塩化第一コバルト塩化コバルト (II) 比色標準原液 塩化コバルト (II) 六水和物 59.5 g (質量分率 100%相当) を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かし、塩酸 (1→40) で正確に 1000mL とする。又は塩化第一コバルト塩化コバルト (II) 六水和物約 65 g を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かして 1,000mL とする。この液 5 mL を正確に量り、250mL の共栓フラスコに入れ、過酸化水素試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 15 mL を加え、10 分間煮沸した沸騰させた後、冷却し、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1→4) 20 mL を加え、沈殿が溶けた後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL は、塩化第一コバルト塩化コバルト (II) 六水和物 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 分子量 237.93) 23.79mg に対応する。次にこの塩化第一コバルト塩化コバルト (II) 六水和物 溶液の残りの液に、1 mL 中の塩化第一コバルト塩化コバルト (II) 六水和物 ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) の含量が 59.5mg になるように塩酸 (1→40) を加える。

塩化第二鉄塩化鉄 (III) 比色標準原液 塩化鉄 (III) 六水和物 45.0 g (質量分率 100%相当) を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かし、塩酸 (1→40) で正確に 1000mL とする。又は塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物約 55 g を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かして 1,000mL とする。この液 10 mL を正確に量り、250mL の共栓フラスコに入れ、水 15 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指

示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL は、塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 分子量 270.30) 27.03mg に対応する。次にこの塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物溶液の残りの液に、1 mL 中の塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) の含量が 45.0mg になるように塩酸 (1→40) を加える。

硫酸銅 (II) 比色標準原液 硫酸銅 (II) 五水和物 62.4 g (質量分率 100%相当) を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かして、塩酸 (1→40) で正確に 1000mL とする。又は硫酸銅 (II) 五水和物約 65 g を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かして 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、250 mL の共栓フラスコに入れ、水 40 mL を加え、更に酢酸 (1→4) 4 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL は、硫酸銅 (II) 五水和物 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 分子量 249.69) 24.97mg に対応する。次にこの硫酸銅 (II) 五水和物溶液の残りの液に、1 mL 中の硫酸銅 (II) 五水和物 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) の含量が 62.4mg になるように塩酸 (1→40) を加える。

ヒ素標準液 ~~ヒ素標準原液 10 mL を正確に量り、硫酸 (1→20) 10 mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、三酸化ヒ素 (As_2O_3) 1 μg を含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。~~ヒ素標準原液 5 mL を正確に量り、硫酸 (1→20) 10 mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.5 μg を含む。

ヒ素標準原液 ~~三酸化ヒ素を微細な粉末とし、105°C で 4 時間乾燥し、その 0.10 g を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 5 mL を加えて溶かす。この液を硫酸 (1→20) で中和し、更に硫酸 (1→20) 10 mL を追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、三酸化ヒ素 (As_2O_3) 0.1mg を含む。~~三酸化二ヒ素 1.32 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 6 mL を加えて溶解する。水 500 mL 及び塩酸 (1→4) で、pH 3～5 に調節し、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.1mg を含む。又は、計量法に規定する標準液 [ヒ素 (As) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にヒ素 (As) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

フッ化物イオン標準原液 あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200 mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とする。本液 1 mL はフッ素 (F) 1 mg を含む。ポリエチレン製容器に保存する。

ホルムアルデヒド標準液、希ホルムアルデヒド標準液 (2 $\mu\text{g}/\text{mL}$) ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液 (HCHO 質量分率 37%相当) 0.54 g を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、ホルムアルデヒド (HCHO) 2 μg を含む。用時調製する。

計量法に規定する標準液 [ホルムアルデヒド (HCHO) の濃度 1000mg/L] を、1 mL にホルムアルデヒド (HCHO) 2 μg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

マンガン標準液 ~~過マンガン酸カリウム 0.2877 g を正確に量り、水 100 mL 及び硫酸 1 mL を加えて溶かし、亜硫酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて煮沸し、冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 1 mL は、マンガン (Mn) 0.01mg を~~

~~含む。~~

塩化マンガン (II) 四水和物 3.60 g を量り、硝酸 (1 → 2) 15 mL 及び水を加えて溶かし、水で正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、塩酸 (2 → 3) 15 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は、マンガン (Mn) 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [マンガン (Mn) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にマンガン (Mn) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

水・メタノール標準液 水分測定用メタノール 500 mL を量り、1,000 mL の乾燥メスフラスコに入れ、水 2 mL を量って加え、水分測定用メタノールを加えて 1,000 mL とする。この液の標定は、水分測定用試液の標定に続いて行う。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。

標定 水分定量法の操作法に従い、水分測定用メタノール 25 mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで注意して加える。次に水分測定用試液 10 mL を正確に量って加え、この水・メタノール標準液で終点まで滴定する。水・メタノール標準液 1 mL 中の水 (H₂O) の mg 数 f' を次式によって求める。

$$f' = \frac{f \times 10}{\text{水・メタノール標準液の滴定量 (mL)}}$$

ただし、f : 水分測定用試液 1 mL に対応する水 (H₂O) の mg 数

国際単位系にトレーサビリティを持つ水標準液を用いてもよい。

ヨウ化物イオン標準原液 あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したヨウ化ナトリウム 0.118 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。用時調製する。本液 1 mL は、ヨウ化物イオン (I⁻) 100 µg 0.1 mg を含む。

硫酸イオン標準原液 あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥した硫酸ナトリウム十水和物 0.148 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、硫酸イオン (SO₄²⁻) 100 µg 0.1 mg を含む。

計量法に規定する標準液 [硫酸イオン (SO₄²⁻) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL に硫酸イオン (SO₄²⁻) 0.1 mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~リン酸一カリウム標準液~~ リン標準液 ~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 4.394 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、リン (P) 1 mg を含む。

リン酸塩標準液 ~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 0.1433 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、リン酸根イオン (PO₄³⁻) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [リン酸イオン (PO₄³⁻) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にリン酸イオン (PO₄³⁻) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

4. 標準品

(1) 次に掲げる標準品

別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する標準品を用いる。

イ キシリトール標準品

ロ 食用赤色2号標準品

ハ 食用赤色3号標準品

ニ 食用赤色40号標準品

ホ 食用赤色102号標準品

ヘ 食用赤色104号標準品

ト 食用赤色105号標準品

チ 食用赤色106号標準品

リ 食用黄色4号標準品

ヌ 食用黄色5号標準品

ル 食用緑色3号標準品

ヲ 食用青色1号標準品

ワ 食用青色2号標準品

カ ナイシン標準品

ヨ ナタマイシン標準品

(2) 含糖ペプシン標準品 日本薬局方含糖ペプシン標準品を用いる。

(3) グリチルリチン酸標準品 日本薬局方グリチルリチン酸標準品を用いる。

(4) シアノコバラミン標準品 日本薬局方シアノコバラミン標準品を用いる。

(5) チアミン塩酸塩標準品 日本薬局方チアミン塩化物塩酸塩標準品を用いる。

(6) チロシン標準品 日本薬局方チロジン標準品を用いる。

(7) *dl*- α -トコフェロール標準品 日本薬局方トコフェロール標準品を用いる。

(8) トコフェロール酢酸エステル標準品 日本薬局方トコフェロール酢酸エステル標準品を用いる。

(9) ニコチン酸アミド標準品 日本薬局方ニコチン酸アミド標準品を用いる。

(10) パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品 日本薬局方パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品を用いる。

(11) 葉酸標準品 日本薬局方葉酸標準品を用いる。

(12) リゾチーム標準品 日本薬局方リゾチーム標準品を用いる。

(13) リボフラビン標準品 日本薬局方リボフラビン標準品を用いる。

5. クロマトグラフィー用担体／充填剤等

- ☆液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。
- ☆液体クロマトグラフィー用シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用フェニル基結合型シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用ブチル化ポリビニルアルコールポリマーゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Ag 型) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Ca 型) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (H型) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- 液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Na 型) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 ケイソウ土を精製加工してガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。
- ☆液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆ガスクロマトグラフィー用シリカゲル ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆ガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂 ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆ガスクロマトグラフィー用ゼオライト $\text{AlNaO}_6\text{Si}_2$ [1318-02-1] 天然又は合成ゼオライトをガスクロマトグラフィー用に製造したものを用いる。
- ☆クロマトグラフィー用ケイソウ土 白～灰白色の上質のものを用いる。
- ☆全多孔性陰イオン交換体 イオンクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

- ☆[薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）](#) 薄層クロマトグラフィー用に製造したジメチルシリル化シリカゲルに蛍光剤を添加したものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用シリカゲル](#) シリカゲルを薄層クロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）](#) 薄層クロマトグラフィー用に製造したシリカゲルに蛍光剤を添加したものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース](#) 微結晶セルロースを薄層クロマトグラフィー用に製造したものをを用いる。
- ☆[ポリエチレングリコール 20M](#) ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[ポリエチレングリコール 6000](#) [\[25322-68-3\]](#)
ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[メチルシリコンポリマー](#) ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[ユッカフォーム抽出物用薄層板](#) 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径5～7 μm）をあらかじめ塗布して調製した10cm×10cmの薄層板。

5.6. 温度計

通例、浸線付温度計（棒状）又は日本工業規格の全浸没式水銀温度計（棒状）の器差試験を行ったものを用いる。ただし、凝固点測定法、沸点測定法及び蒸留試験法、及び融点測定法（[第1種物質第1法](#)）には浸線付温度計（棒状）を用いる。

浸線付温度計（棒状）は、次に示すものとする。

浸線付温度計規格

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
液体	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀
液上に満たす気体	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン
温度範囲	-17~50℃	40~100℃	90~150℃	140~200℃	190~250℃	240~320℃
最小目盛り	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃
長目盛線	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと
目盛数字	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと
全長 (mm)	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300
幹の直径 (mm)	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3
水銀球の長さ (mm)	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18
水銀球の下端から最低目盛線までの距離 (mm)	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90
温度計の上端から最高目盛線までの距離 (mm)	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65
水銀球の下端から浸没線までの距離 (mm)	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62
頂部形状	環状	環状	環状	環状	環状	環状
検査温度	-15℃, 15℃, 45℃	45℃, 70℃, 95℃	95℃, 120℃, 145℃	145℃, 170℃, 195℃	195℃, 220℃, 245℃	245℃, 280℃, 315℃
許容誤差	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.3℃ (ただし, 検査温度195℃のとき, 0.2℃)	0.4℃ (ただし, 検査温度315℃のとき, 0.5℃)

備考：補助温度計としては、水銀温度計で、温度範囲0～360℃、最小目盛り1℃以下の適当な形状のものを用いる。

6.7. ろ紙

ろ紙は、次に示す規格のものを用いる。なお、ろ紙と記載し、特にその種類を示さないものは、定性分析用ろ紙を示す。ろ紙は、ガスなどによって汚染されないように保存する。

定性分析用ろ紙 日本工業規格のろ紙（化学分析用）の定性分析用の規格に適合するものを用いる。

定量分析用ろ紙 日本工業規格のろ紙（化学分析用）の定量分析用の規格に適合するものを用いる。

クロマトグラフィー用ろ紙 定量分析用ろ紙の規格及び次に示す規格に適合するものを用いる。

種類	1号	2号	3号	4号
α 繊維素含量 (%)	90 以上	95 以上	95 以上	95 以上
銅価 (%)	1.6 以下	1.4 以下	1.4 以下	1.4 以下
pH	5～8	5～8	5～8	5～8
灰分量 (%)	0.02 以下	0.12 以下	0.12 以下	0.12 以下
ろ水時間 (秒)	330±132	240±96	120±48	100±40
湿潤破裂強さ (cm)	13 以上	20 以上	12 以上	15 以上
吸水高度 (cm)	6±1.2	5.5±1.1	7±1.4	7.5±1.5

ただし、α 繊維素含量、銅価、pH、灰分量、ろ水時間及び湿潤破裂強さの試験は、日本工業規格に規定の方法により、吸水高度の試験は、次に示す方法により行う。

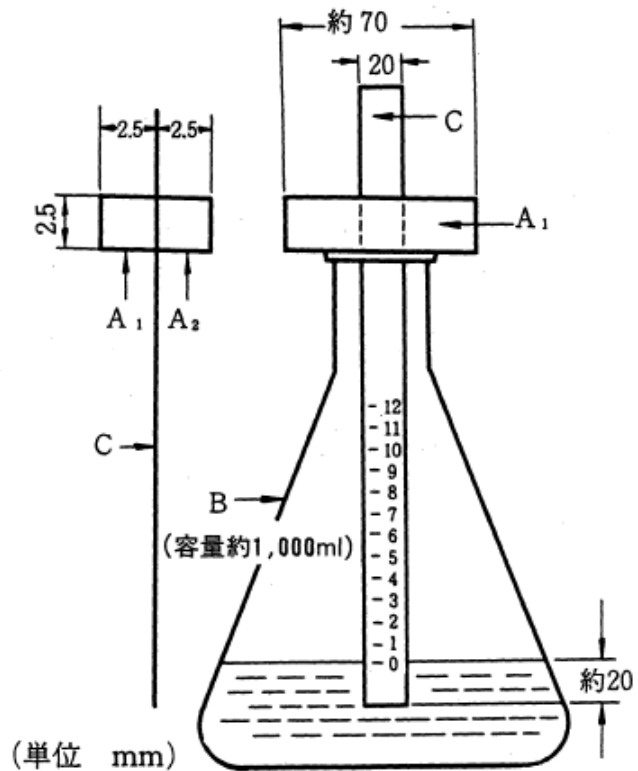
吸水高度の試験

装置 概略は、次の図による。

A₁ 及び A₂ : ろ紙保持用ガラスブロック

B : 三角フラスコ (容量約 1,000mL)

C : 試料ろ紙



操作法 三角フラスコBに蒸留水約 300mLを入れ、フラスコの口の上でろ紙保持用ガラスブ

ック 2 個 A₁, A₂ を並べて置く。あらかじめ鉛筆で 1 cm ごとに目盛を付けた試料ろ紙をガラスブロックの間に挟み、初めは静かにすべらせ、ろ紙の下端が水面に着いたならば、速やかに滑らせて、目盛の 0 点を水面に一致させて固定し、蒸留水が 10 分間に上昇する高さを測定する。

メンブランフィルター 次に示す規格に適合するものを用いる。

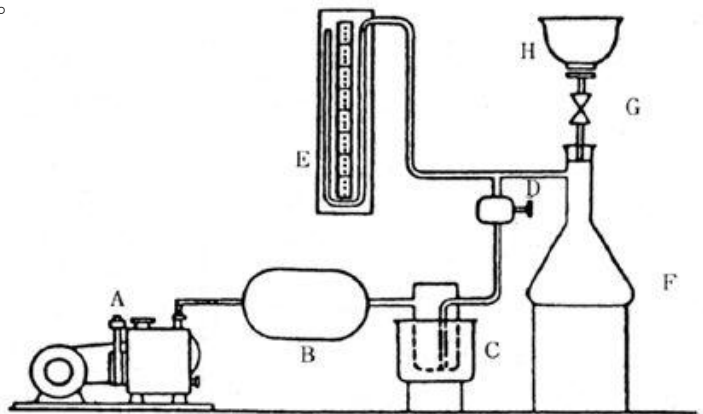
孔径 (μm)	厚さ (μm)	水の流量 (mL/分/cm ²)	バブルポイント (N/mm ²)
1.0 又は 1.2	100~170	150~300	5.9×10 ⁻² ~14.7×10 ⁻²
0.45	130~170	20~60	16.7×10 ⁻² ~34.3×10 ⁻²
0.10	90~150	1.0~5.0	49.0×10 ⁻² ~294.2×10 ⁻²
0.05	70~150	0.1~2.0	98.1×10 ⁻² ~490.3×10 ⁻²

ただし、厚さの試験は、日本工業規格の紙の厚さと密度の試験方法により、水の流量及びバブルポイントの試験は、次に示す方法により行う。

水の流量の試験

装置 概略は、次の図による。

- A : 真空ポンプ
- B : ため (容量 10L 以上)
- C : コールドトラップ
- D : 真空調整器
- E : マノメーター
- F : 吸引ろ過瓶 (容量 1~4 L)
- G : 弁



H : ろ過装置 (ステンレス鋼支持スクリーン付き内径 47mm のフィルターホルダーを装着した容量 1,000mL のもの)

操作法 弁 G を閉じ、真空調整器 D を全開して真空ポンプ A で系内を減圧し、次に D により系内の圧を 69±0.7kPa に調整する。あらかじめ空気が入らないようにして水で潤した試料メンブランフィルターをフィルターホルダーに装着してろ過装置を組み立て、あらかじめ試料メンブランフィルターと同じか、又はそれ以下の孔径のメンブランフィルターを用いて 2 回ろ過した水 500mL を量り、ろ過装置に入れる。次に弁 G を開き、ろ過が終了するまでの時間を測り、次式により水の流量を計算する。

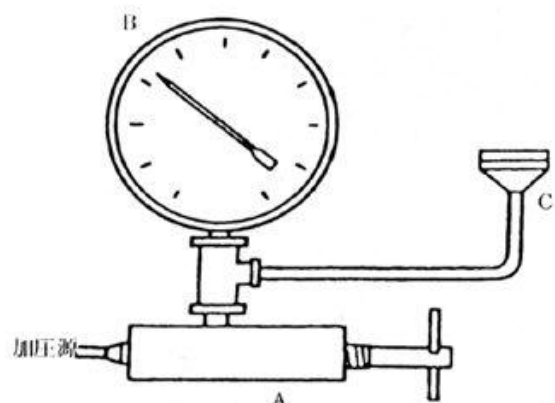
$$\text{水の流量 (mL/分/cm}^2\text{)} = \frac{(500 \text{ (mL)} \times 60)}{(\text{ろ過時間 (秒)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)})}$$

$$\text{水の流量 (mL/分/cm}^2\text{)} = \frac{500 \text{ (mL)} \times 60}{\text{ろ過時間 (秒)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)}}$$

バブルポイントの試験

装置 概略は、第 1~2 図による。

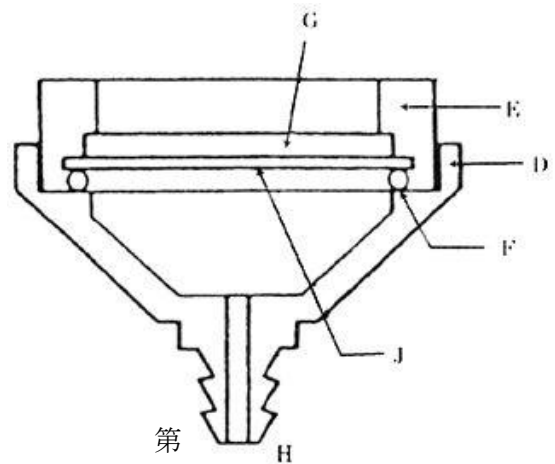
- A : 調整器
- B : 圧力計
- C : フィルターホルダー (有効ろ過面積が



9.5±0.5cm²のもので、概略は、第2図による。)

- D：基部
- E：ロックリング
- F：シリコンOーリング
- G：サポートディスク
- H：空気流入口
- J：試料メンブランフィルター

操作法 試料メンブランフィルターを水で完全に潤し、フィルターホルダーに装着し、サポートディスクG上に深さ2～3mmになるように水を入れる。次に調整器Aにより予想されるバブルポイント以下に圧力を調整し、1秒間に 0.14×10^{-2} N/mm²ずつ圧力を増加し、試料メンブランフィルターの中央部から安定した起泡が始まるときの圧力をバブルポイントとする。



第1図

第

第2図

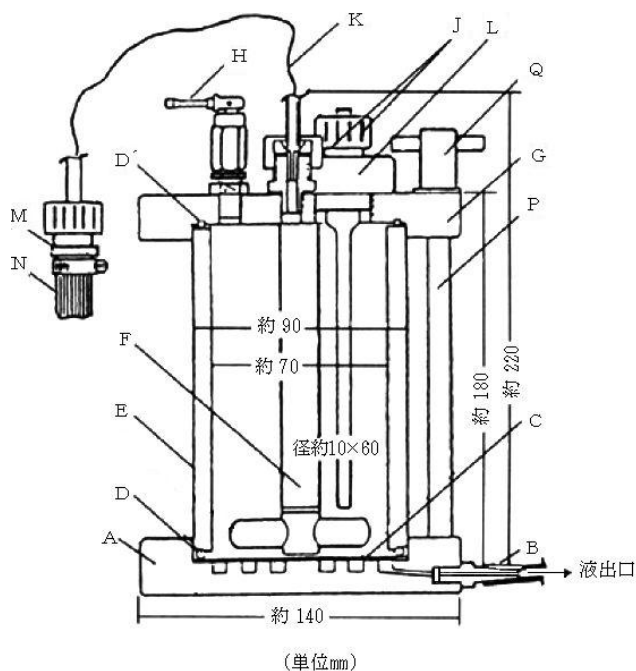
78. ろ過器

ガラスろ過器 日本工業規格の化学分析用ガラス器具のガラスろ過器の規格に適合するものを用いる。

加圧ろ過器 加圧ろ過器は、次の方法により操作する。

装置概略は、次の図による。

- A : 底板
- B : 液出口チューブ
- C : サポートスクリーン
- D, D' : シリコンオーリング
- E : セル
- F : かくはん支柱
- G : かくはん子
- HG : 上ぶた
- JH : 安全弁
- KJ : チューブジョイントキャップ
- LK : 耐圧チューブ
- ML : 試料投入口
- NM : 加圧源コネクター
- PN : 耐圧ホース
- QP : 締め付けシャフト
- RQ : 締め付け十字ナット



操作法 底板Aに液出口チューブBを付け、メンブランフィルターをサポートスクリーンC上に置き、シリコンオーリングDをメンブランフィルター表面に取り付け、セルEをDの上に置き、かくはん装置支柱F及びG、安全弁JHなどを取り付けた上ぶたHGにシリコンオーリングD'を取り付け、Eの上に置く。更に締め付けシャフトQPをHGに立ち上げ、締め付け用十字ナットRQで均一に締め付ける。次に、加圧ろ過器をかくはん器の上に置き、試料投入口MLより試料の液を流し込む。次に加圧源（窒素ポンプなど）と加圧ろ過器とを耐圧ホースPNと耐圧チューブLKを用いて接続し、少しずつ圧力を上げ、所定の圧力まで加圧し、ろ過する。ろ過は、かくはん器で泡立ちを生じない程度にゆっくりかき混ぜながら行う。

89. ふるい

日本工業規格のふるいの規格に適合するものを用いる。

910. 検知管式ガス測定器

検知管式ガス測定器は、日本工業規格の検知管式ガス測定器の規格に適合するものを用いる。

10. 付表

ベルトラン糖類定量表

糖類 (mg)	各糖類に相当する銅質量 (mg)				
	転化糖	ブドウ糖	ガラクト ース	麦芽糖	乳糖
10	20.6	20.4	19.3	11.2	14.4
11	22.6	22.4	21.2	12.3	15.8
12	24.6	24.3	23.0	13.4	17.2
13	26.5	26.3	24.9	14.5	18.6
14	28.5	28.3	26.7	15.6	20.0
15	30.5	30.2	28.6	16.7	21.4
16	32.5	32.2	30.5	17.8	22.8
17	34.5	34.2	32.3	18.9	24.2
18	36.4	36.2	34.2	20.0	25.6
19	38.4	38.1	36.0	21.1	27.0
20	40.4	40.1	37.9	22.2	28.4
21	42.3	42.0	39.7	23.3	29.8
22	44.2	43.9	41.6	24.4	31.1
23	46.1	45.8	43.4	25.5	32.5
24	48.0	47.7	45.2	26.6	33.9
25	49.8	49.6	47.0	27.7	35.2
26	51.7	51.5	48.9	28.9	36.6
27	53.6	53.4	50.7	30.0	38.0
28	55.5	55.3	52.5	31.1	39.4
29	57.4	57.2	54.4	32.2	40.7
30	59.3	59.1	56.2	33.3	42.1
31	61.1	60.9	58.0	34.4	43.4
32	63.0	62.8	59.7	35.5	44.8
33	64.8	64.6	61.5	36.5	46.1
34	66.7	66.5	63.3	37.6	47.4
35	68.5	68.3	65.0	38.7	48.7

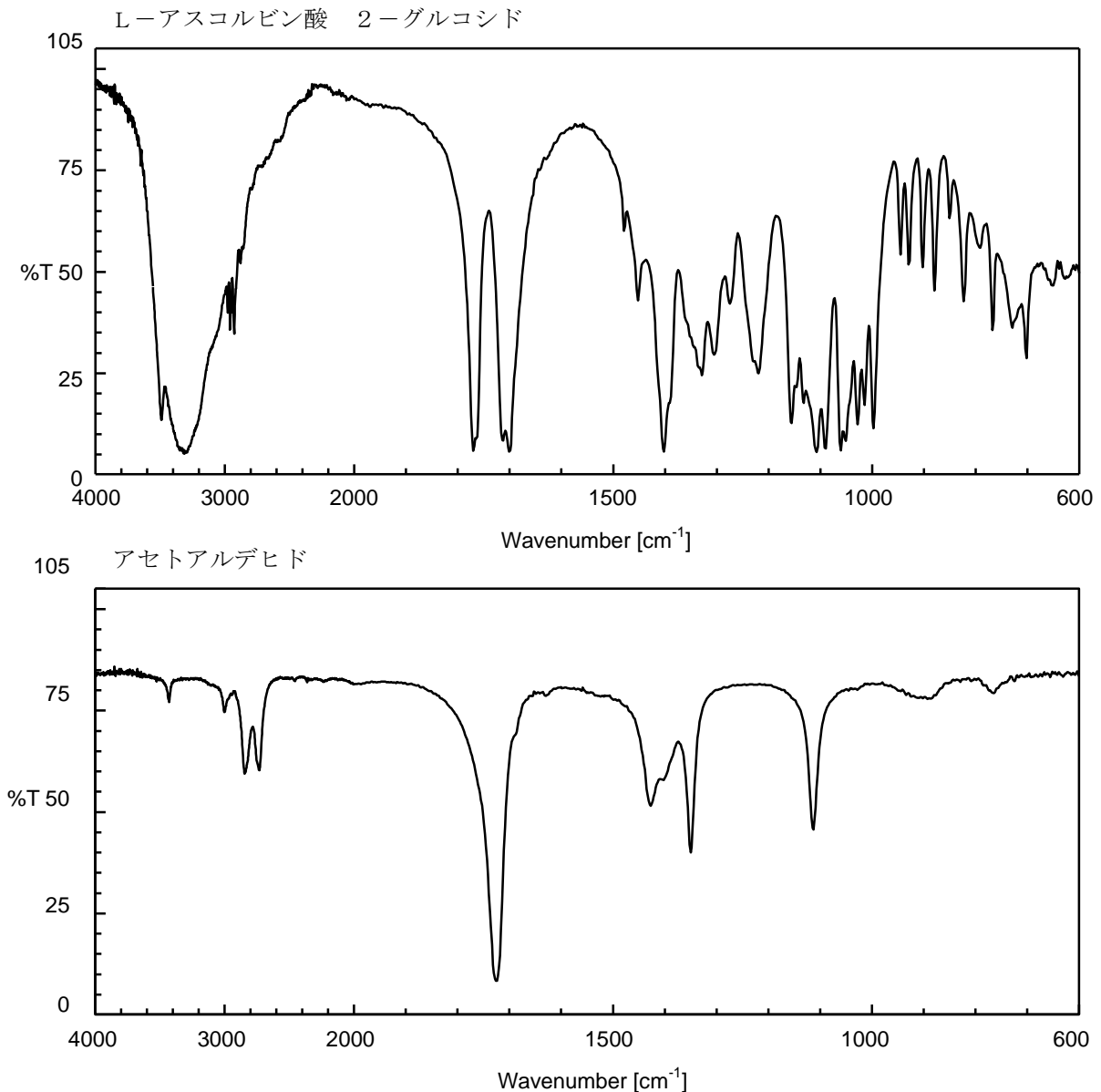
36	70.3	70.1	66.8	39.8	50.1
37	72.2	72.0	68.6	40.9	51.4
38	74.0	73.8	70.4	41.9	52.7
39	75.9	75.7	72.1	43.0	54.1
40	77.7	77.5	73.9	44.1	55.4
41	79.5	79.3	75.6	45.2	56.7
42	81.2	81.1	77.4	46.3	58.0
43	83.0	82.9	79.1	47.4	59.3
44	84.4	84.7	80.8	48.5	60.6
45	86.5	86.4	82.5	49.5	61.9
46	88.3	88.2	84.3	50.6	63.3
47	90.1	90.0	86.6	51.7	64.6
48	91.9	91.8	87.7	52.8	65.9
49	93.6	93.6	89.5	53.9	67.2
50	95.4	95.4	91.2	55.0	68.5
51	97.1	97.1	92.9	56.1	69.8
52	98.8	98.9	94.6	57.1	71.1
53	100.6	100.6	96.3	58.2	72.4
54	102.2	102.3	98.0	59.3	73.7
55	104.0	104.1	99.7	60.3	74.9
56	105.7	105.8	101.5	61.4	76.2
57	107.4	107.6	103.2	62.5	77.5
58	109.2	109.3	104.9	63.5	78.8
59	110.9	111.1	106.2	64.6	80.1
60	112.6	112.8	108.3	65.7	81.4
61	114.3	114.5	110.0	66.8	82.7
62	115.9	116.2	111.6	67.9	83.9
63	117.6	117.9	113.3	68.9	85.2
64	119.2	119.6	115.0	70.0	86.5
65	120.9	121.3	116.6	71.1	87.7
66	122.6	123.0	118.3	72.2	89.0

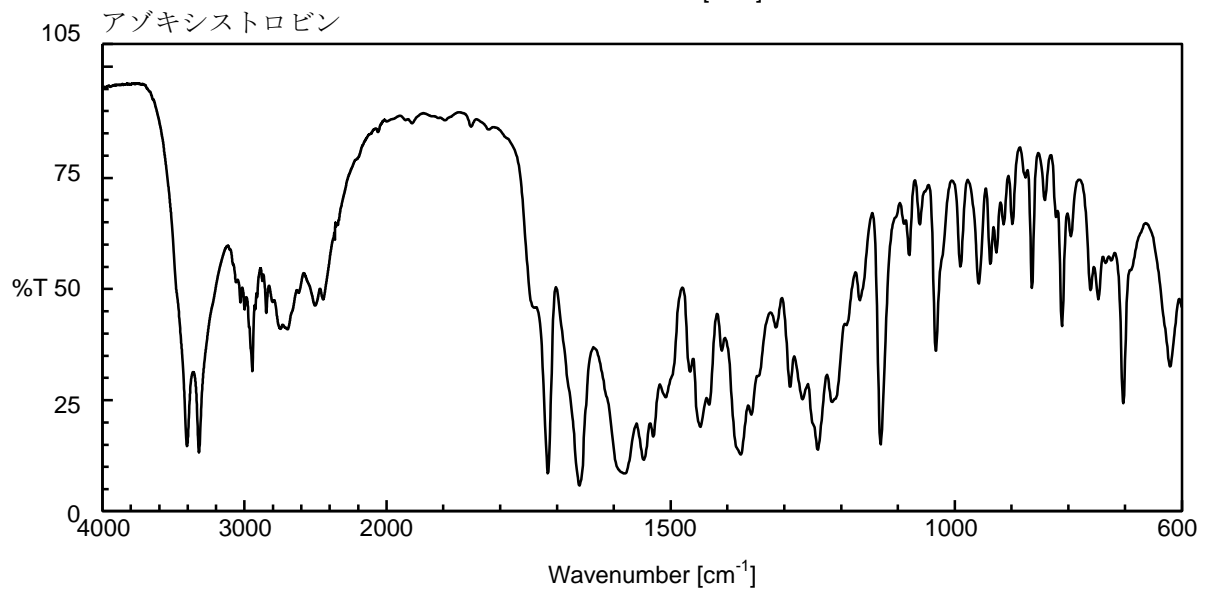
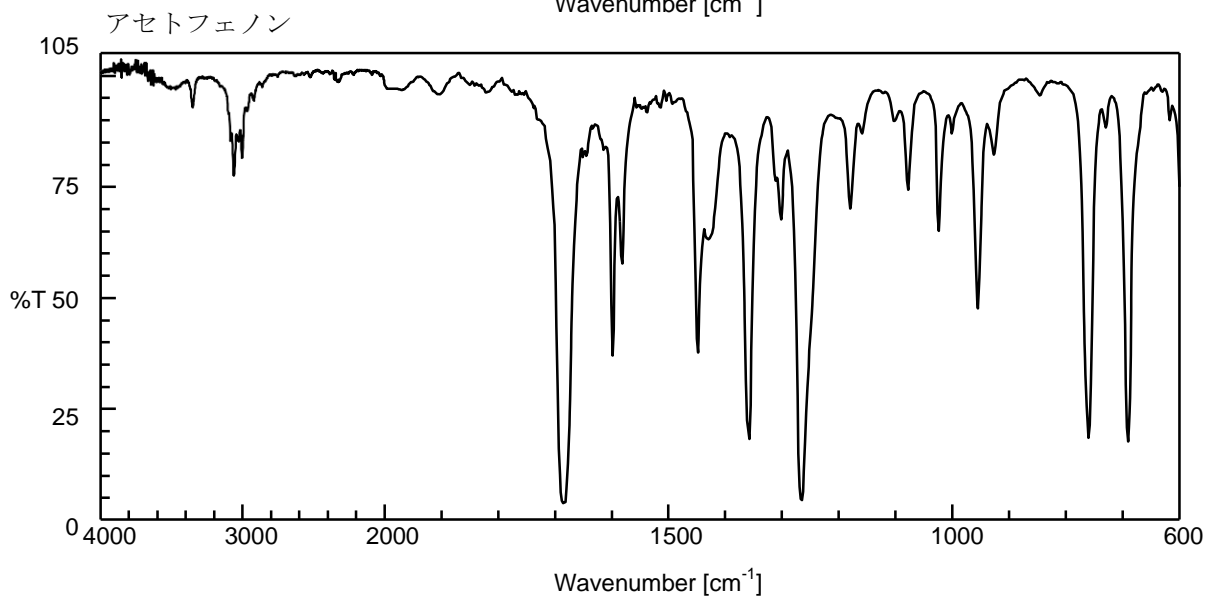
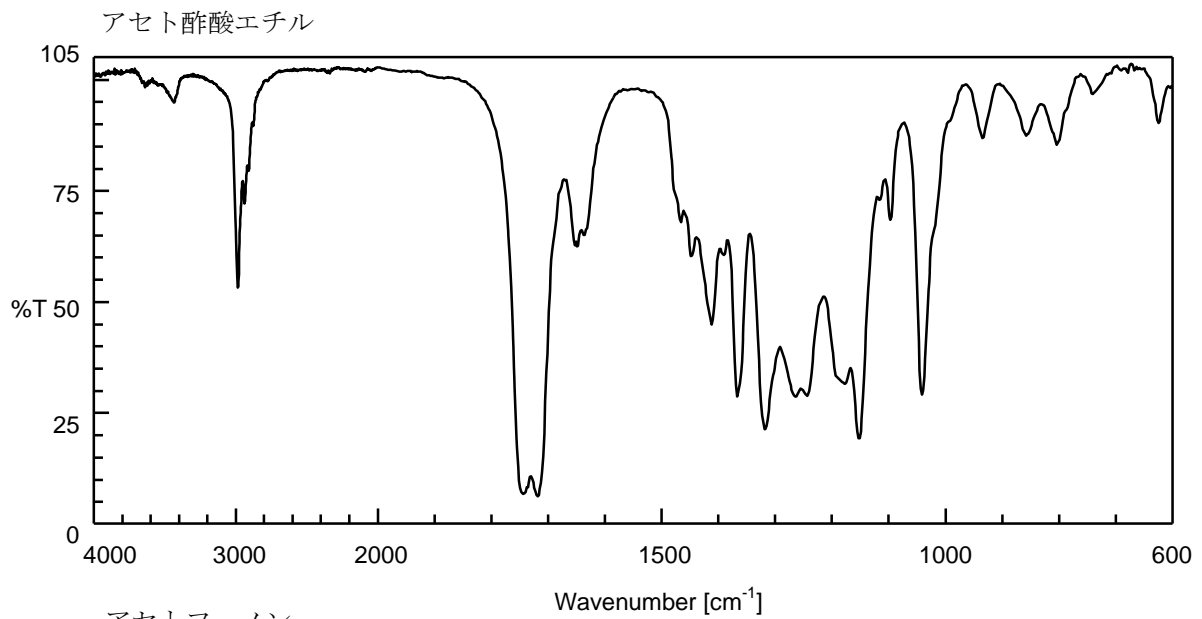
67	124.2	124.7	120.0	73.3	90.3
68	125.9	126.4	121.7	74.3	91.6
69	127.5	128.1	123.3	75.4	92.8
70	129.2	129.8	125.0	76.5	94.1
71	130.8	131.4	126.6	77.6	95.4
72	132.4	133.1	128.3	78.6	96.7
73	134.0	134.7	130.0	79.7	98.0
74	135.6	136.3	131.5	80.8	99.1
75	137.2	137.9	133.1	81.8	100.4
76	138.9	139.6	134.8	82.9	101.7
77	140.5	141.2	136.4	84.0	102.9
78	142.1	142.8	138.0	85.1	104.2
79	143.7	144.5	139.7	86.1	105.4
80	145.3	146.1	141.3	87.2	106.7
81	146.9	147.7	142.9	88.3	107.9
82	148.5	149.3	144.6	89.4	109.2
83	150.0	150.9	146.2	90.4	110.4
84	151.6	152.5	147.8	91.5	111.7
85	153.2	154.0	149.4	92.6	112.9
86	154.8	155.6	151.1	93.7	114.1
87	156.4	157.2	152.7	94.8	115.4
88	157.9	158.3	154.3	95.8	116.6
89	159.5	160.4	156.0	96.9	117.9
90	161.1	162.0	157.6	98.0	119.1
91	162.6	163.6	159.2	99.0	120.3
92	164.2	165.2	160.8	100.1	121.6
93	165.7	166.7	162.4	101.1	122.8
94	167.3	168.3	164.0	102.2	124.0
95	168.8	169.9	165.6	103.2	125.2
96	170.3	171.5	167.2	104.2	126.5
97	171.9	173.1	168.8	105.3	127.7

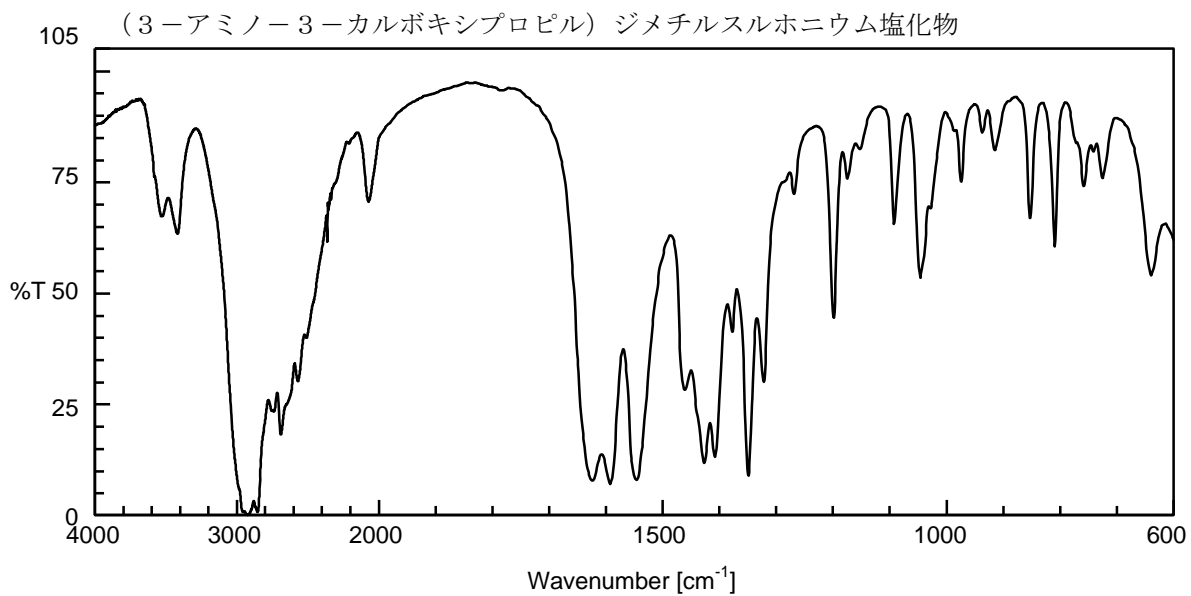
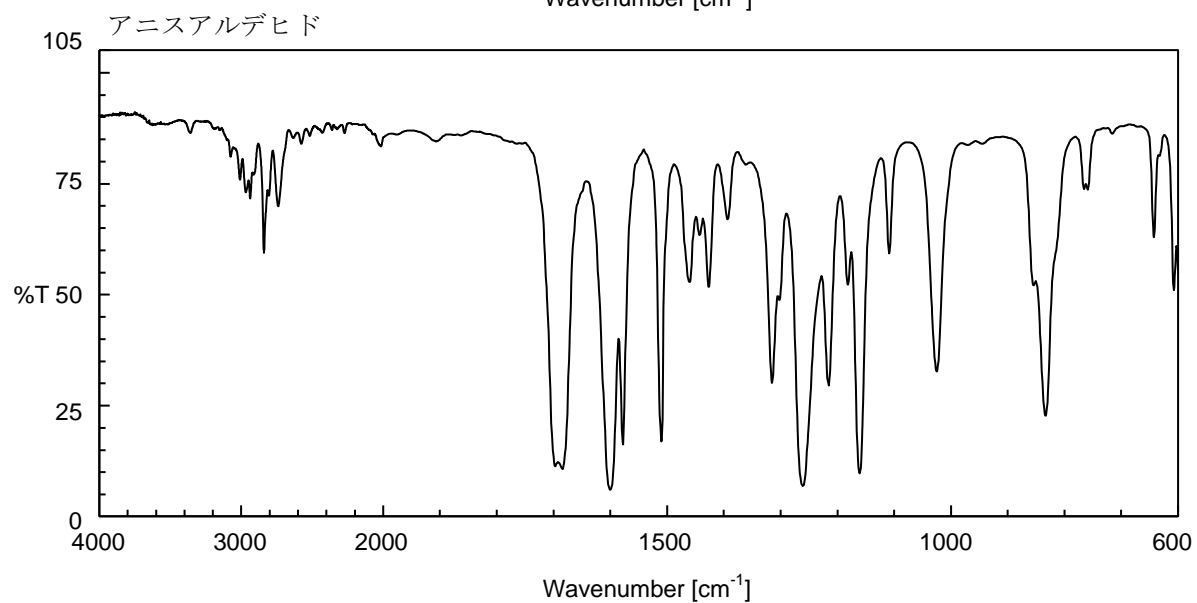
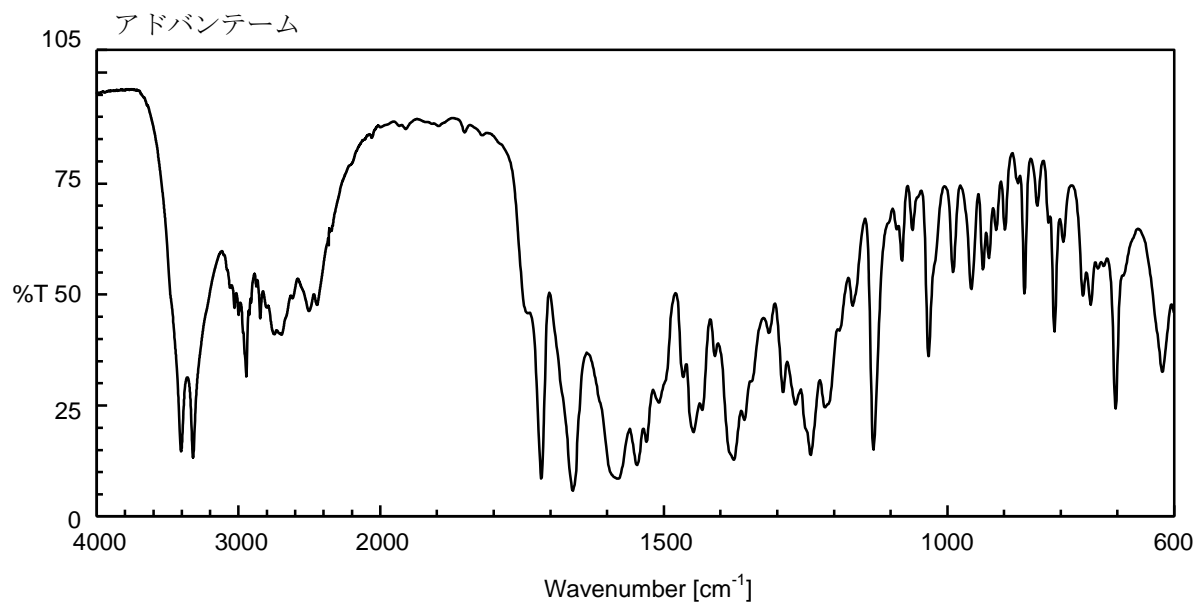
98	173.4	174.6	170.4	106.3	128.9
99	175.0	176.2	172.0	107.4	130.2
100	176.5	177.8	173.6	108.4	131.4

11. 参照赤外吸収スペクトル

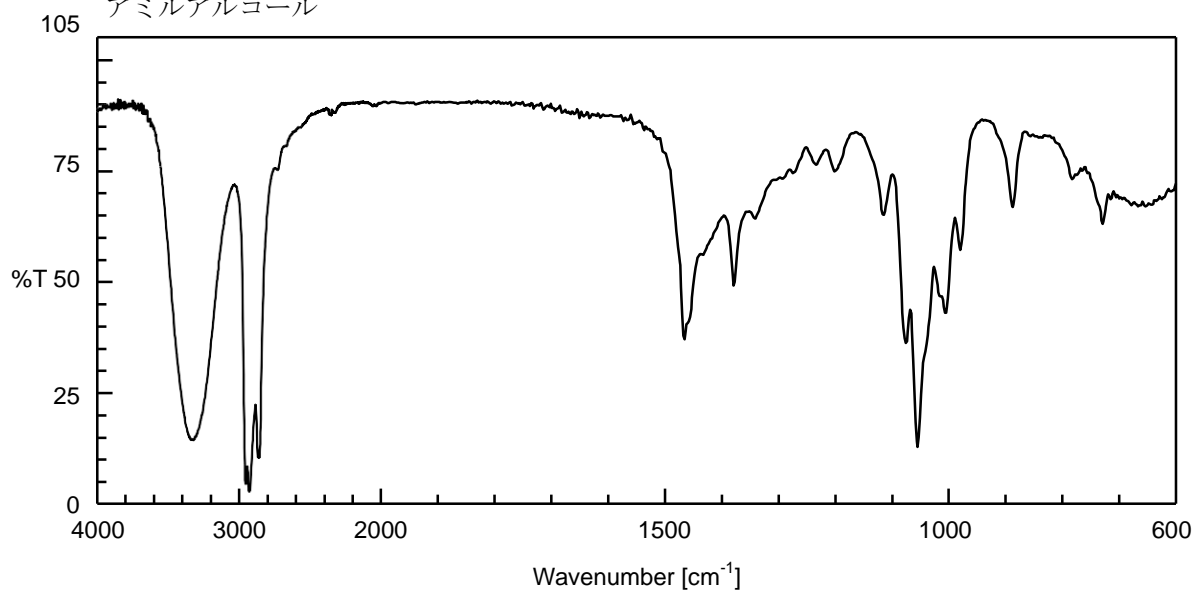
ここに掲げる参照スペクトルは、フーリエ変換形赤外分光光度計を用い、成分規格・保存基準各条に規定する方法により試料を調製し、装置の分解能を 4 cm^{-1} として測定して得られたスペクトルで、横軸に波数 (cm^{-1})、縦軸に透過率 (%) を取り、図示したものである。対照には、~~臭化カリウム~~錠剤法 (直径 10mm) では、試料を含まない臭化カリウム錠剤を、ペースト法、薄膜法及び液膜法では、窓板 1 枚を用いた。



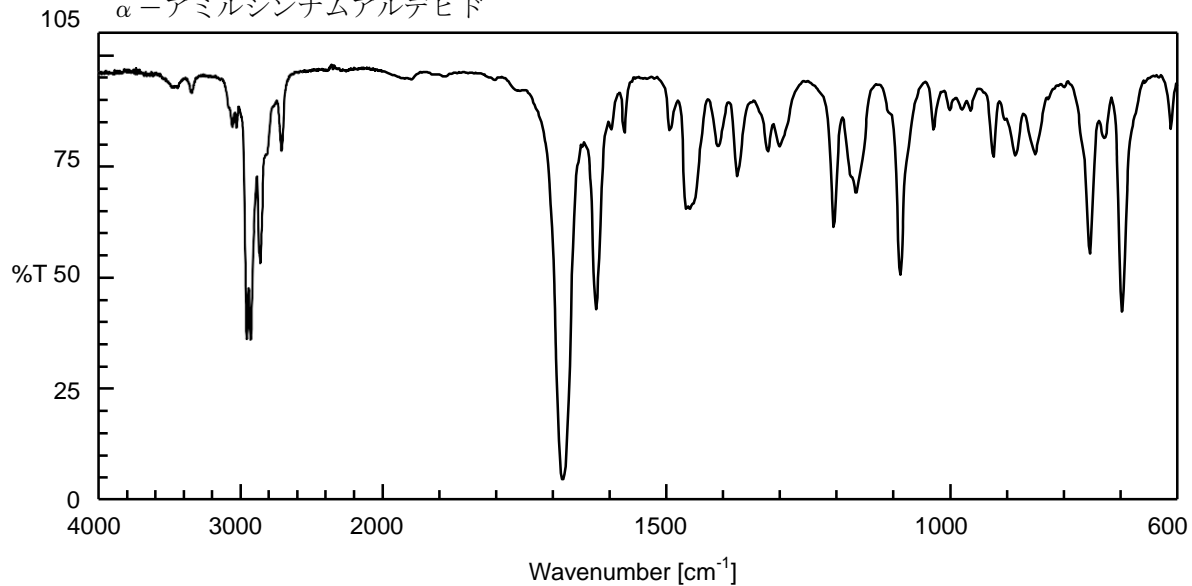




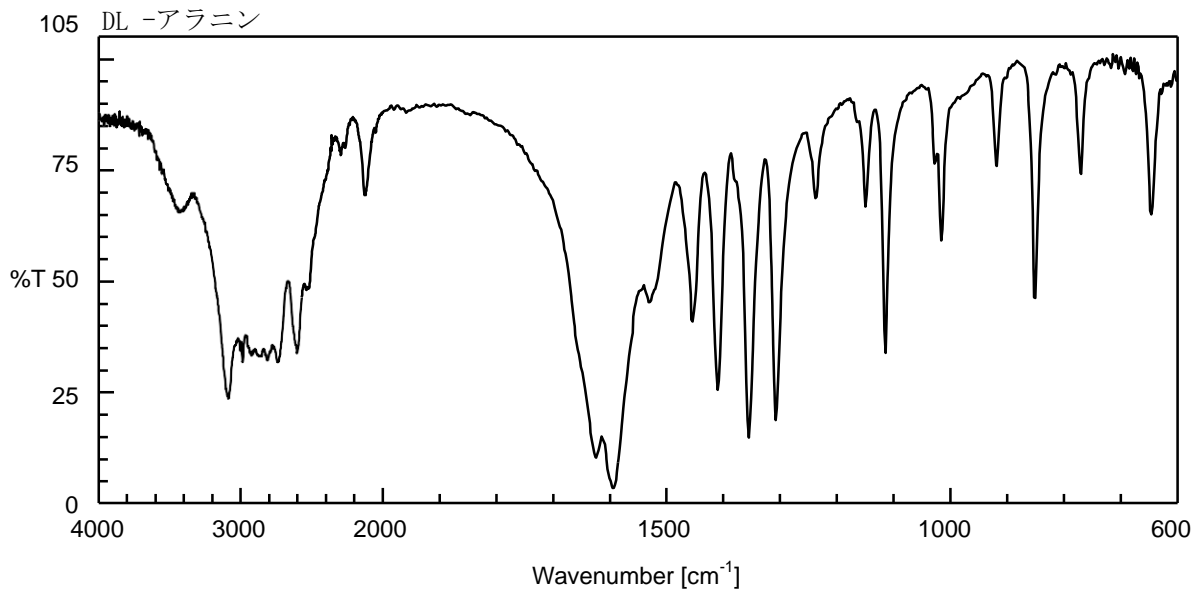
アミルアルコール

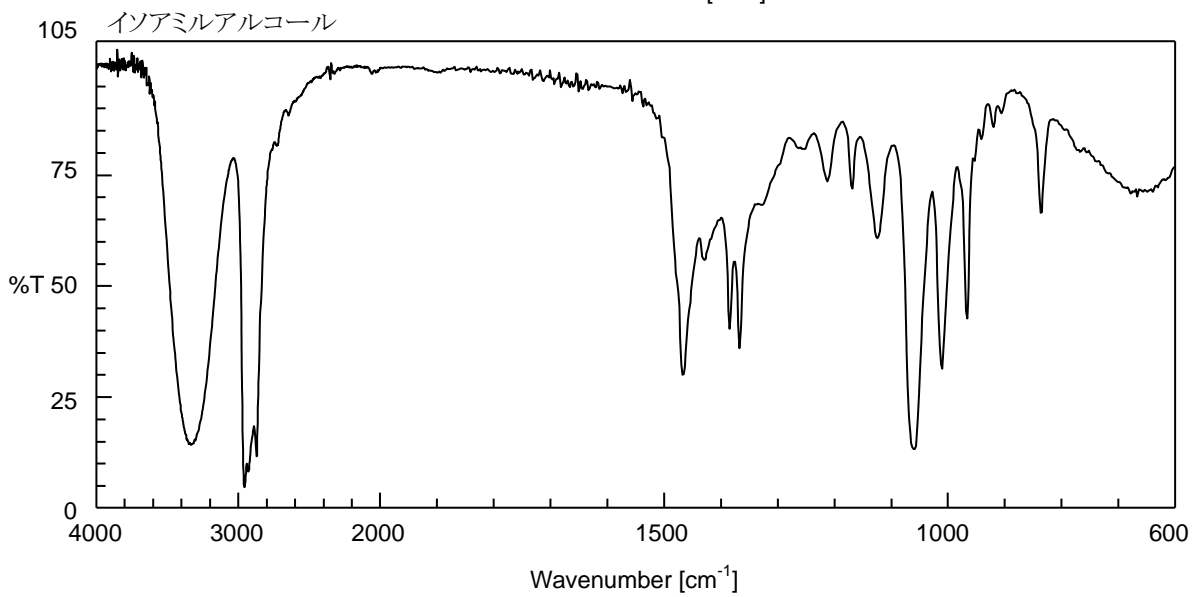
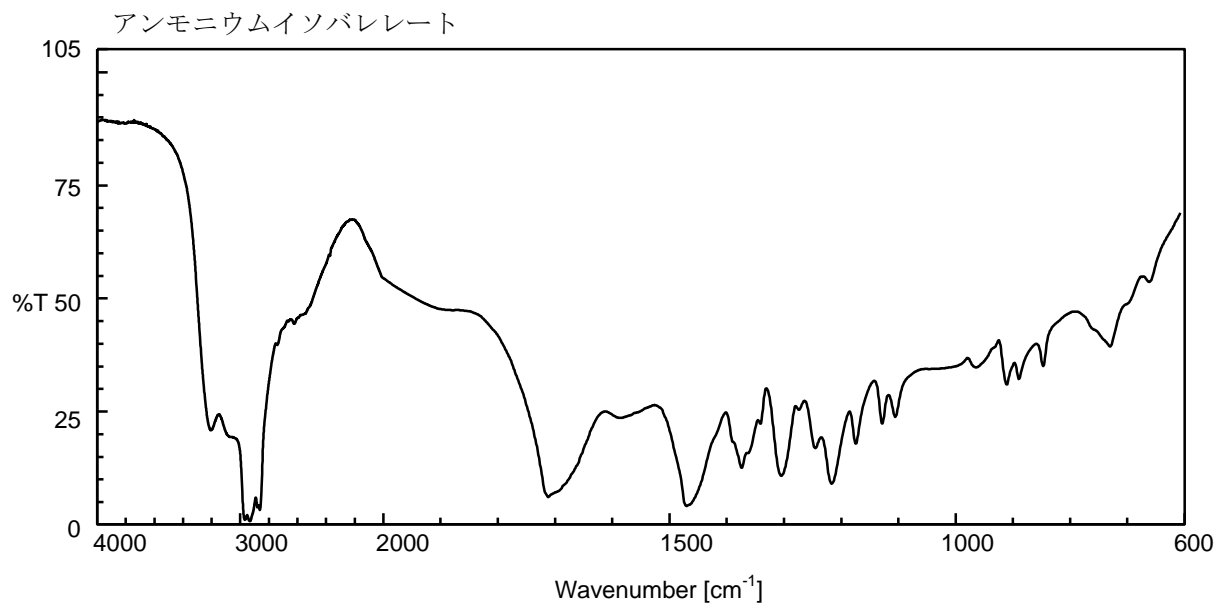
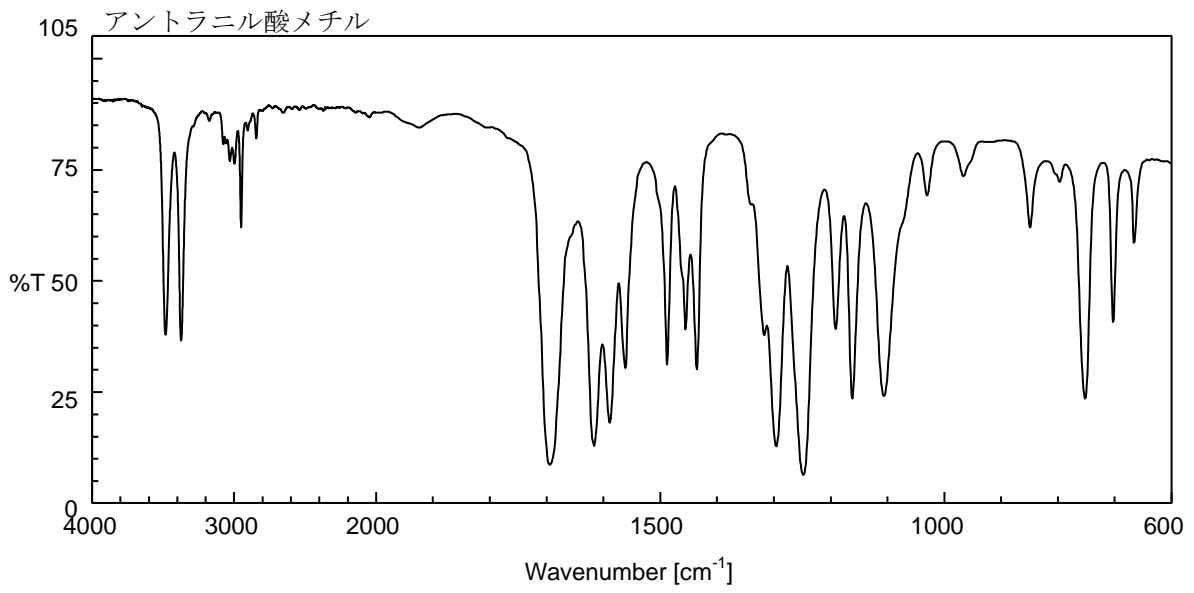


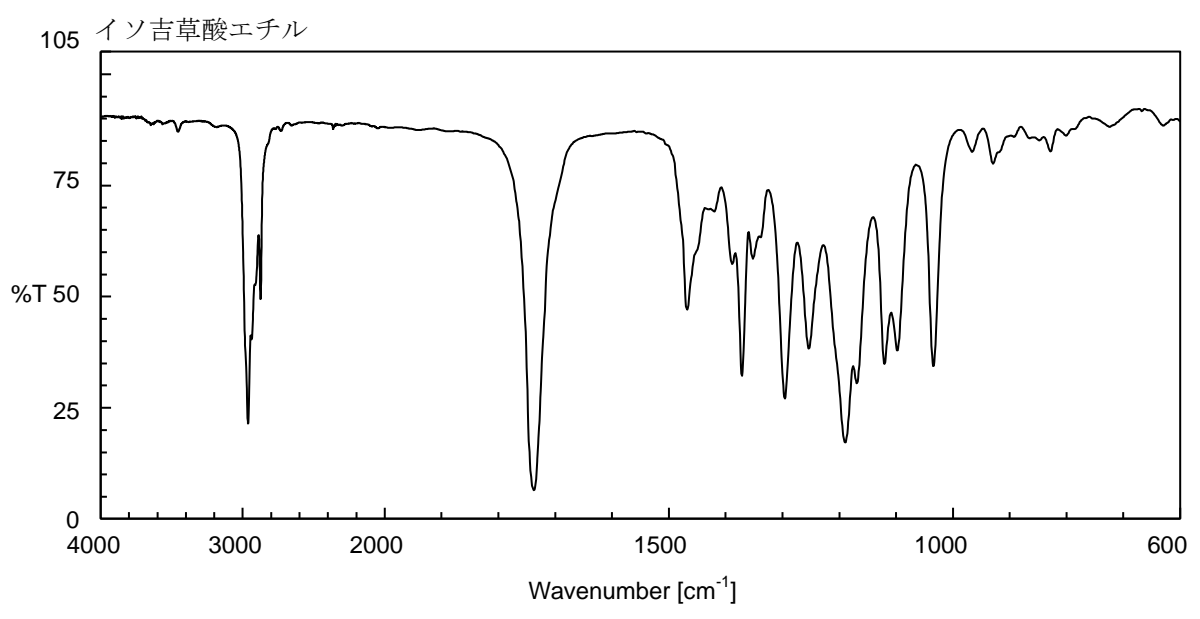
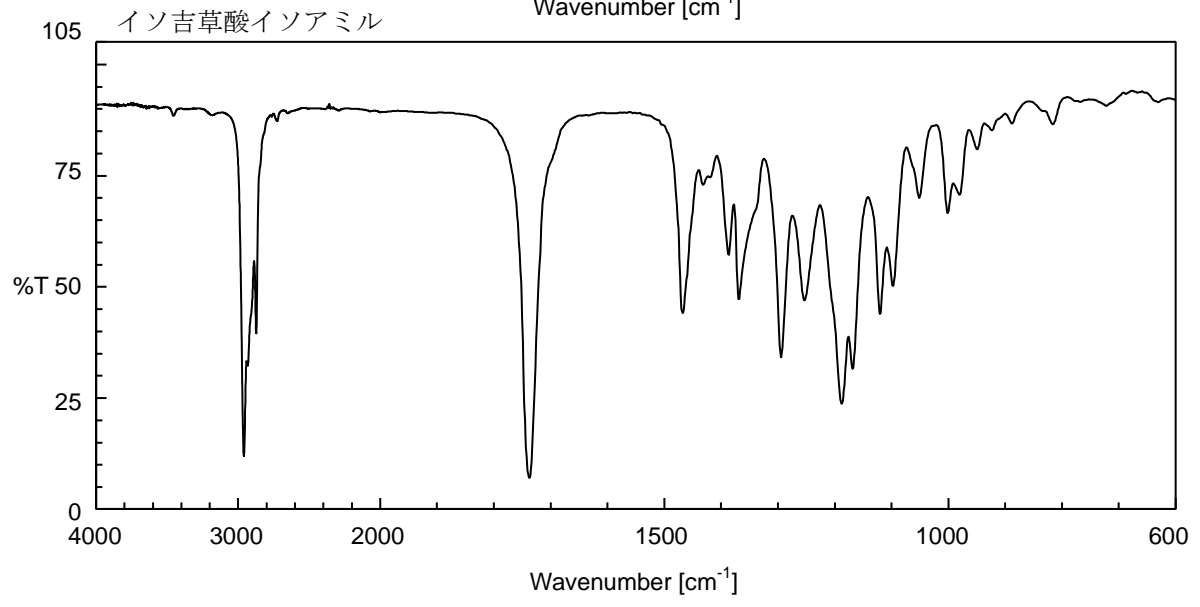
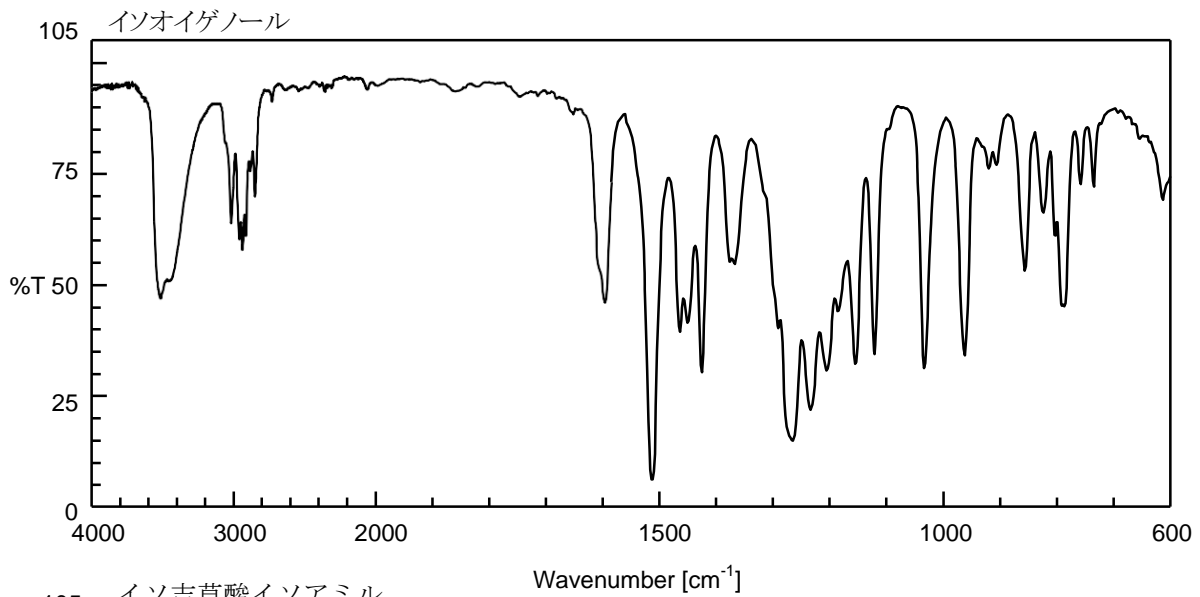
α -アミルシンナムアルデヒド

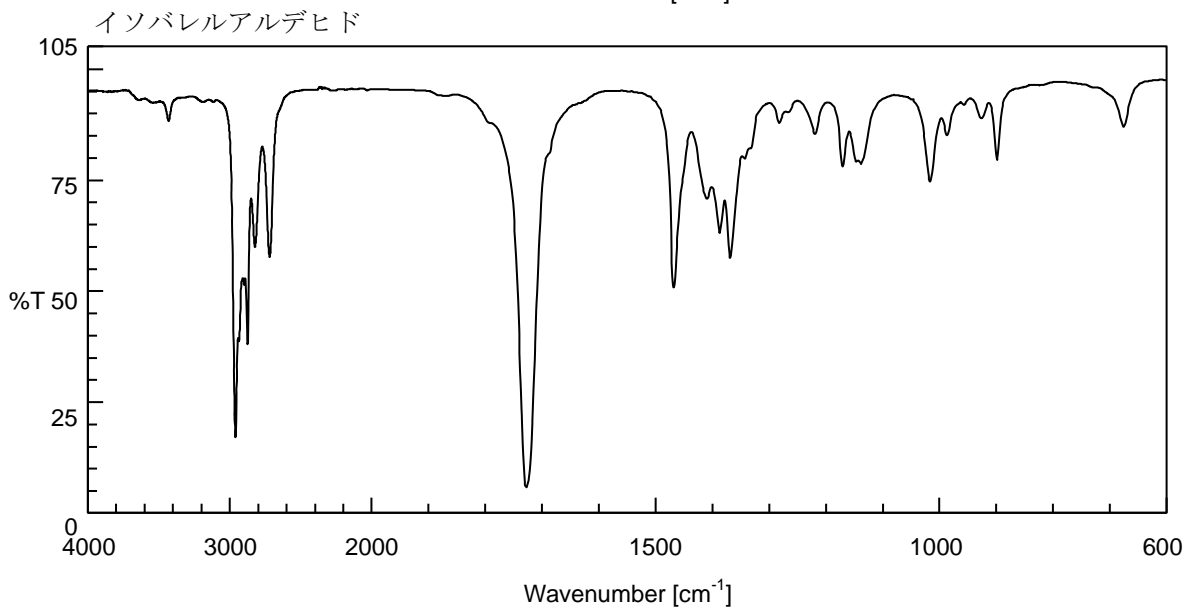
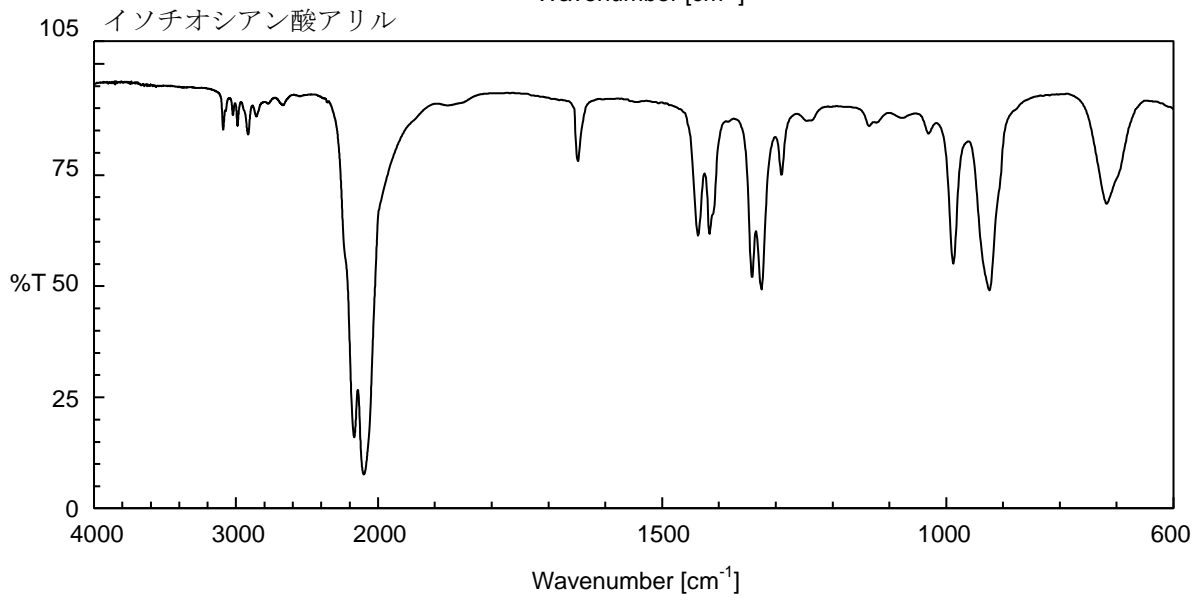
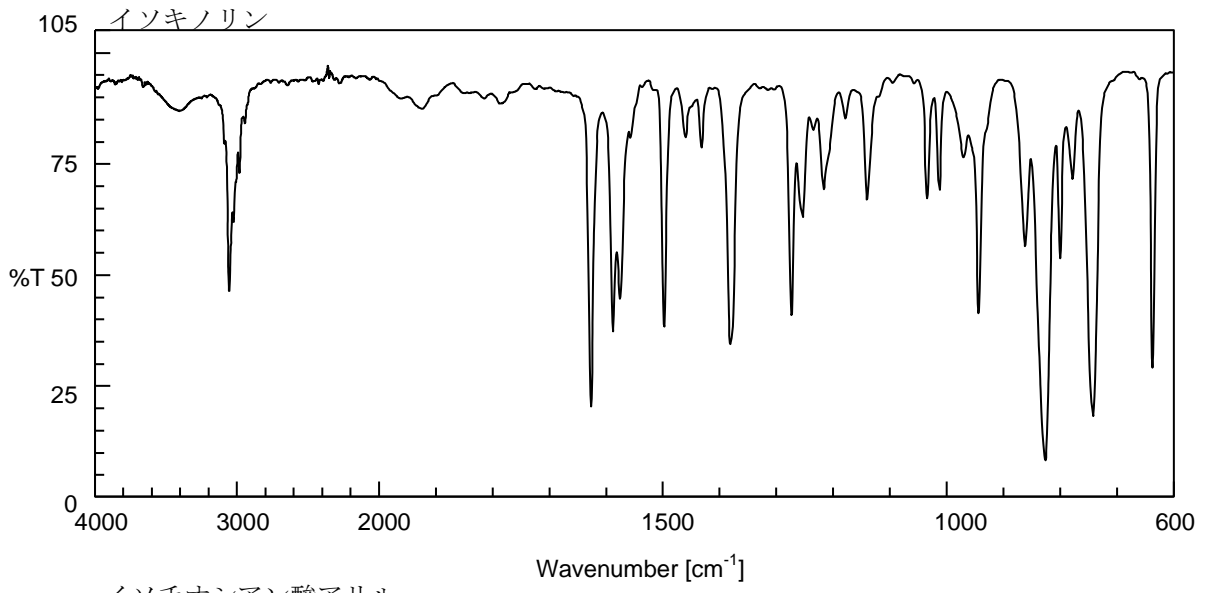


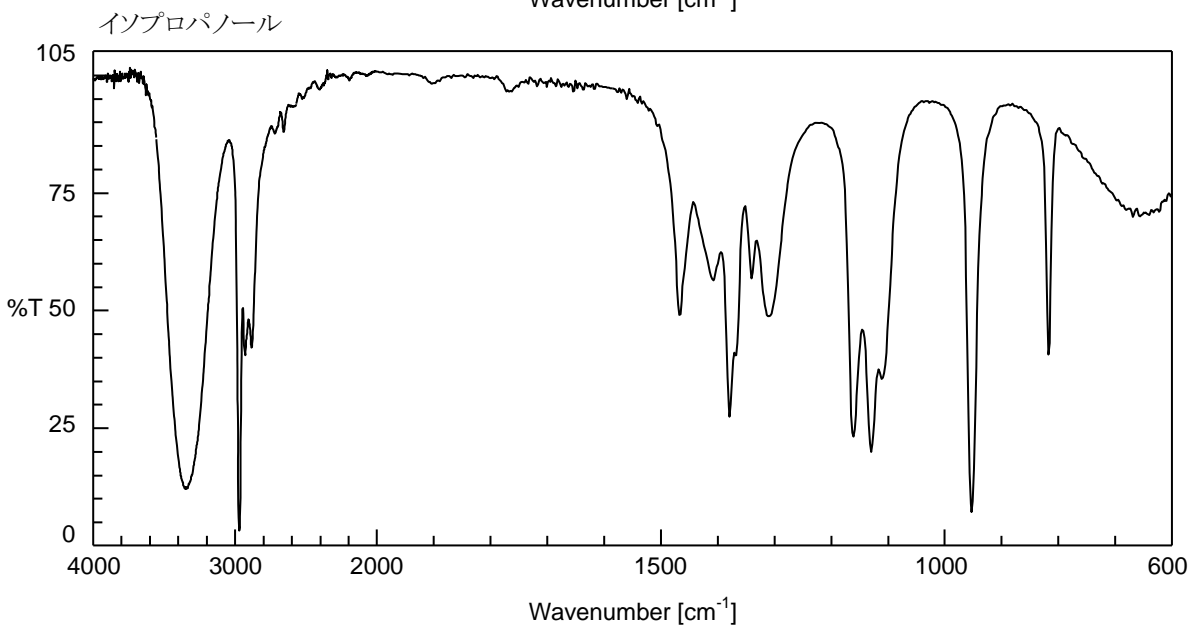
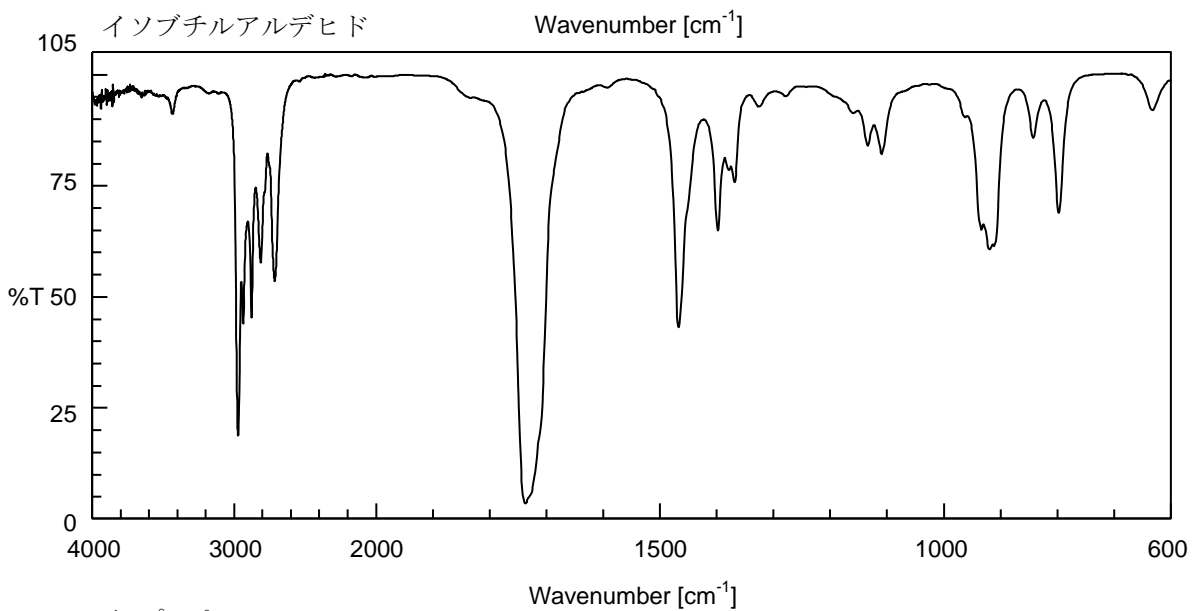
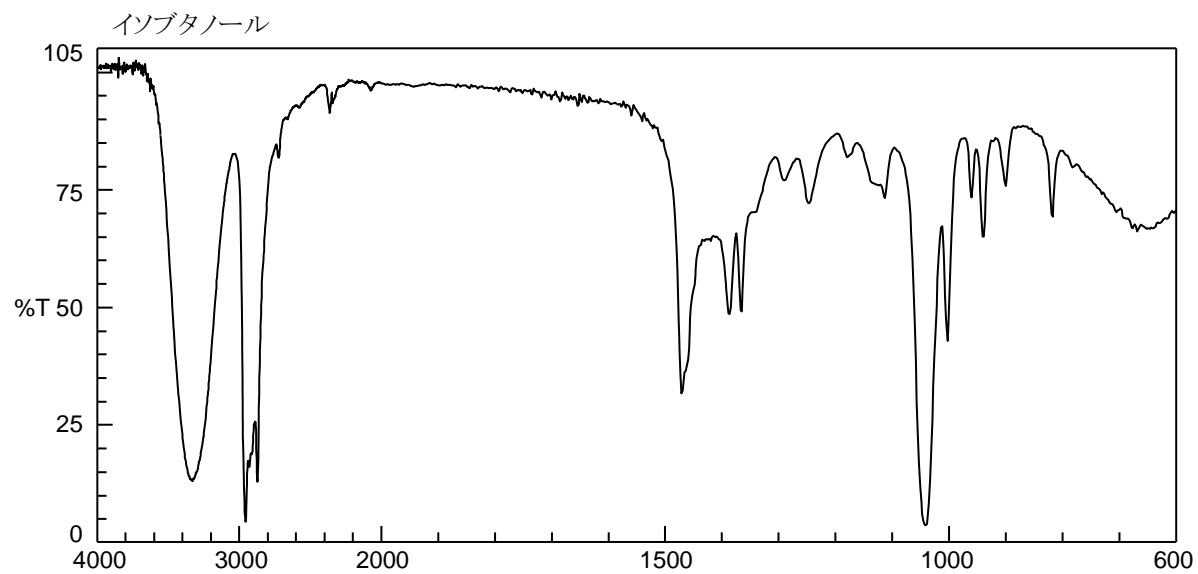
DL-アラニン

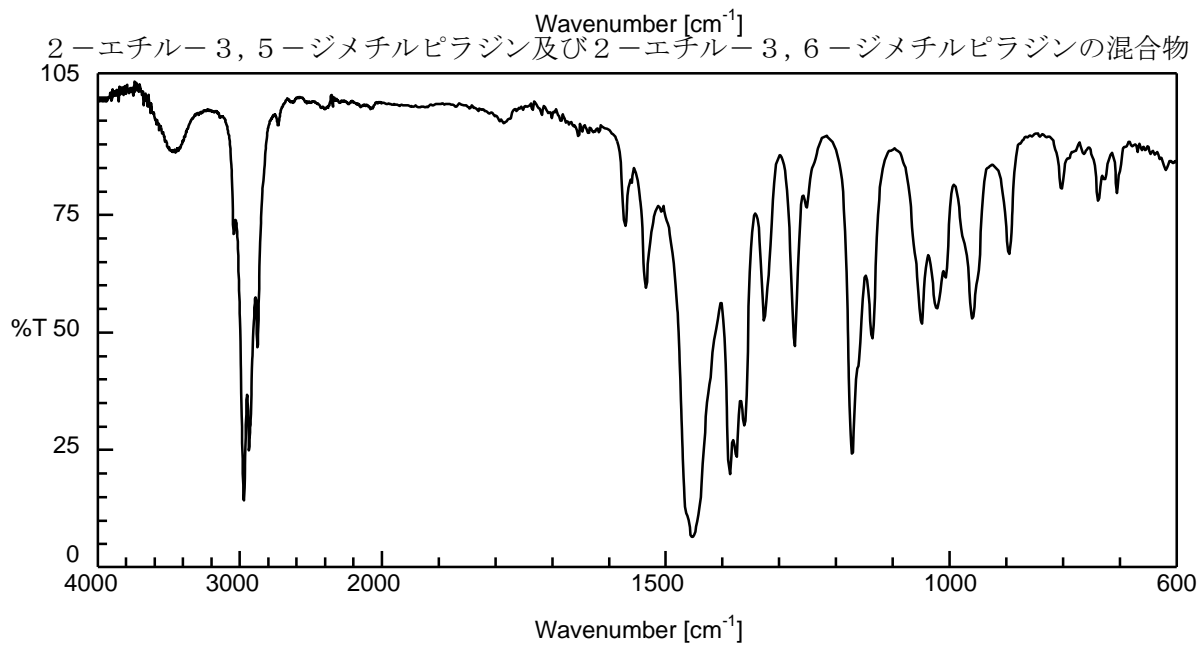
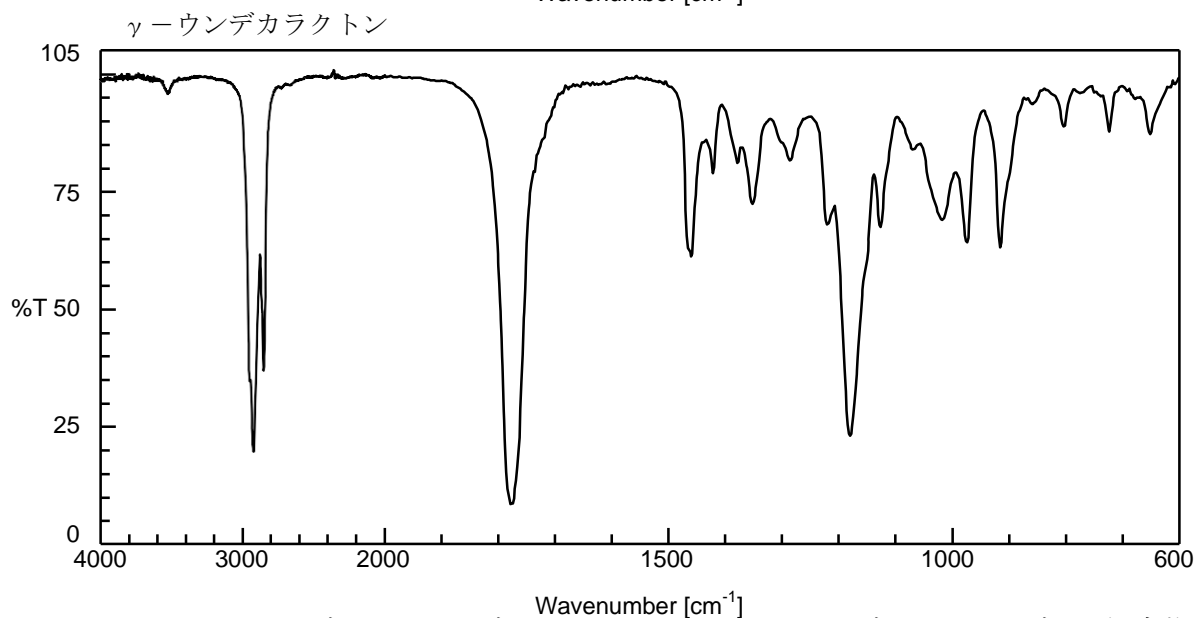
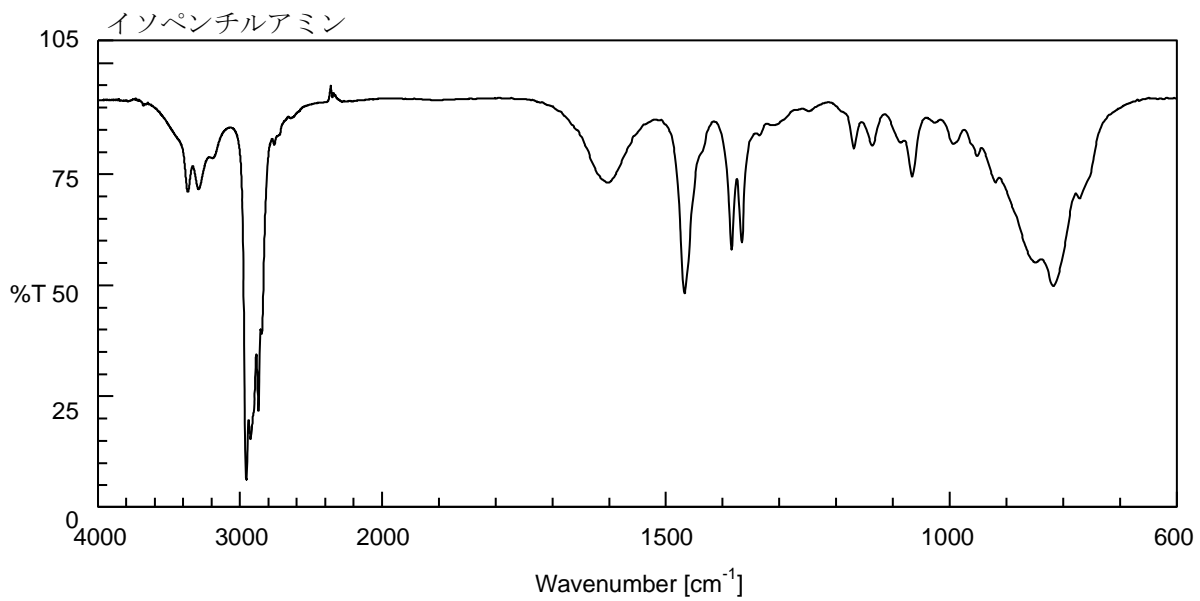


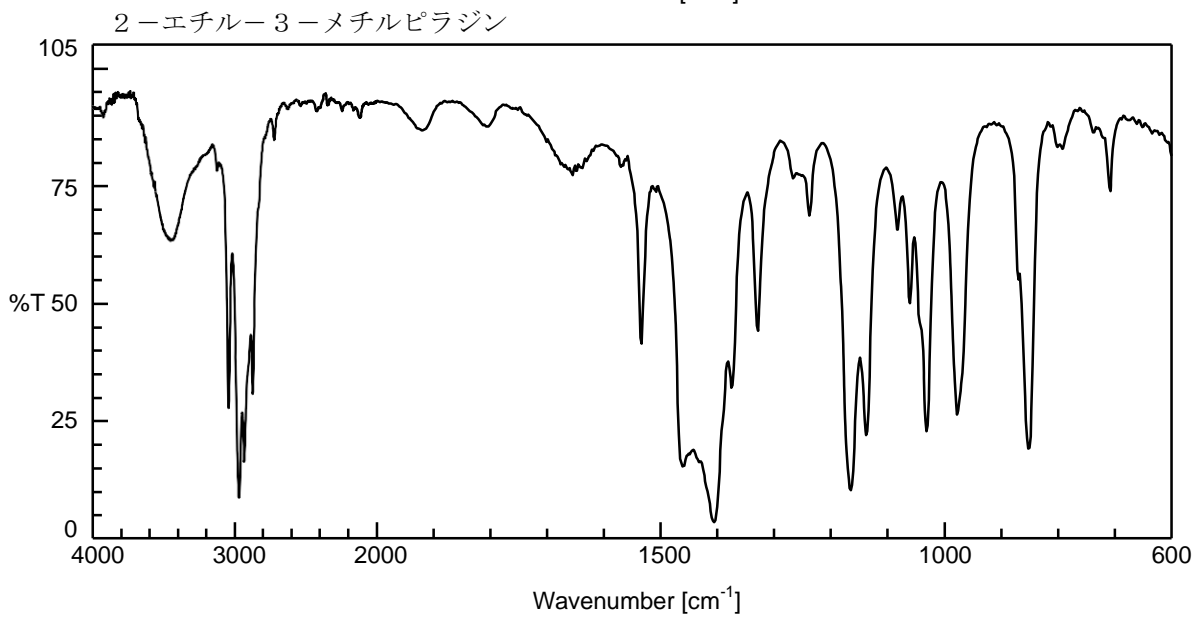
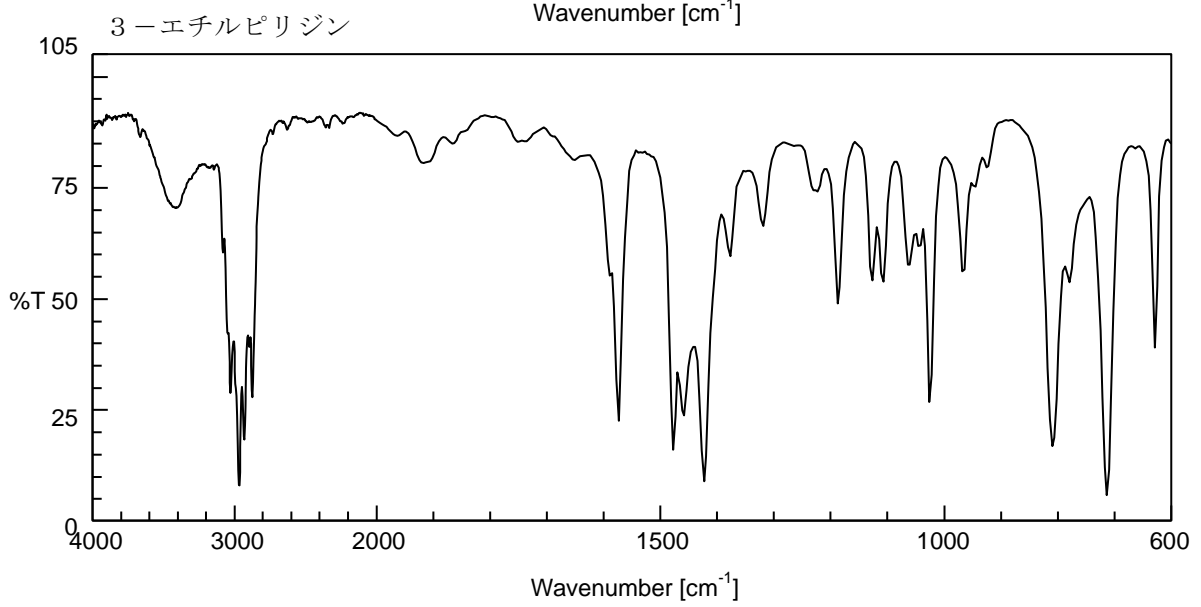
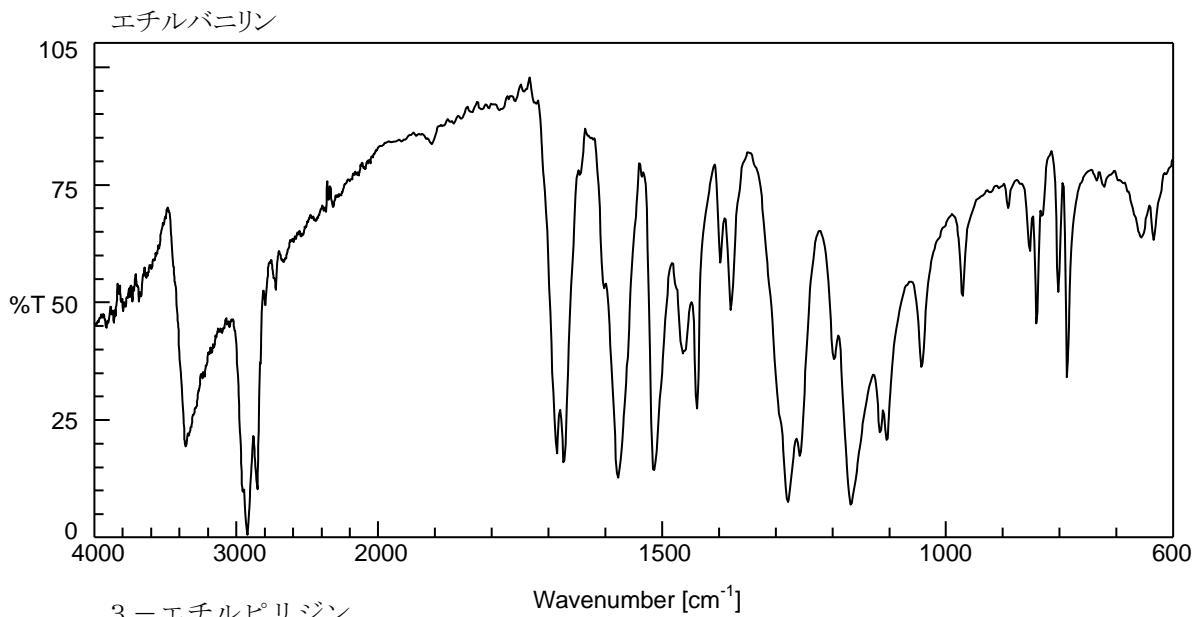


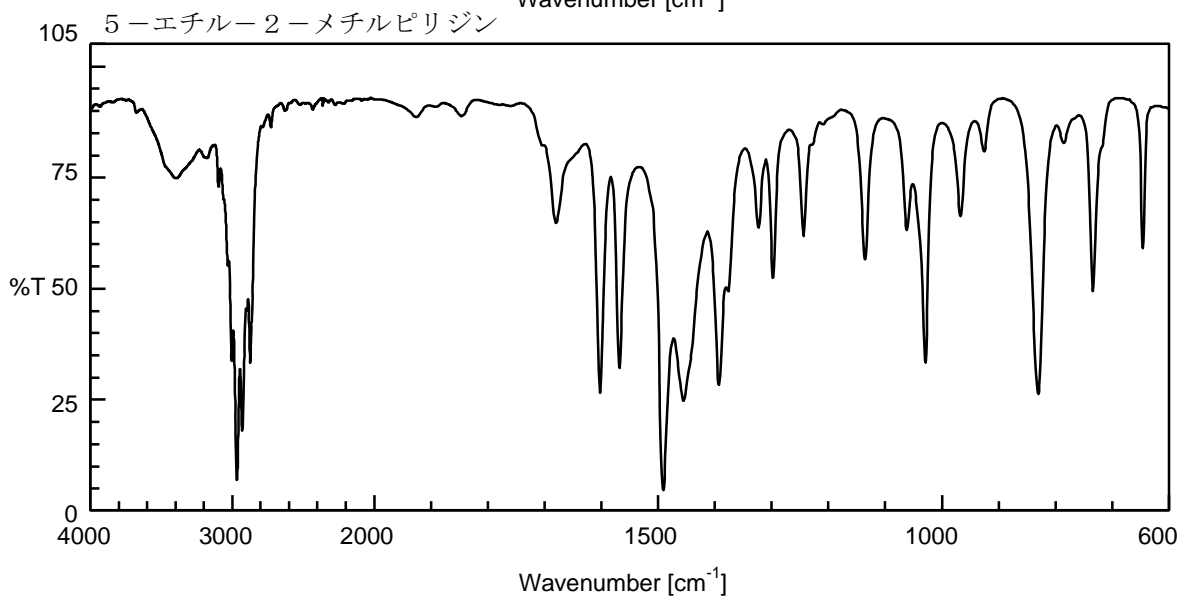
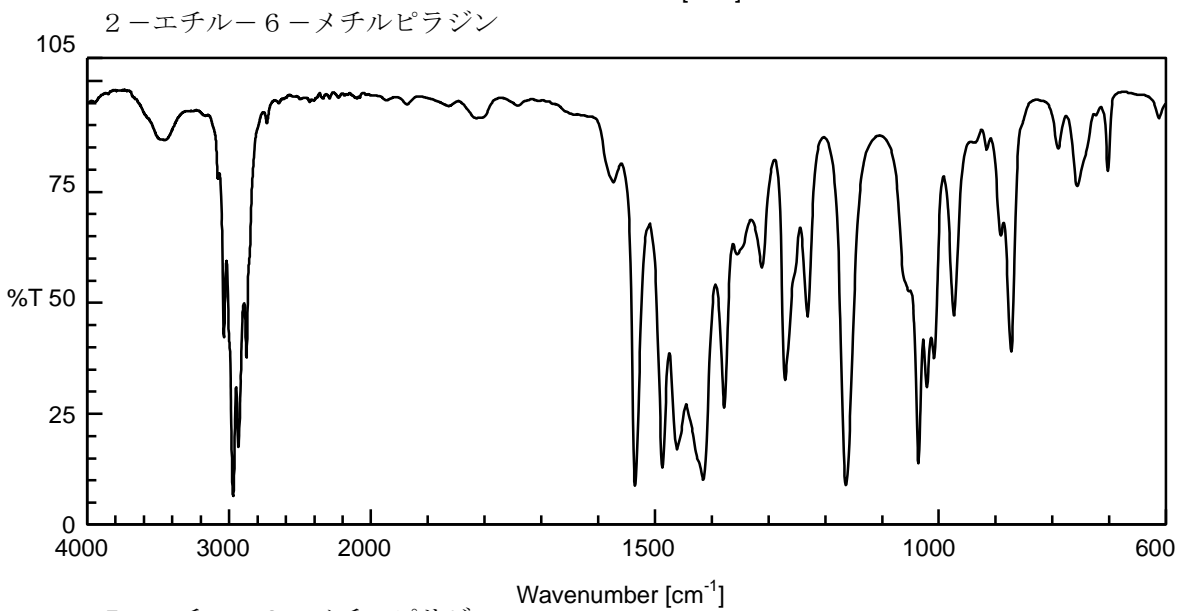
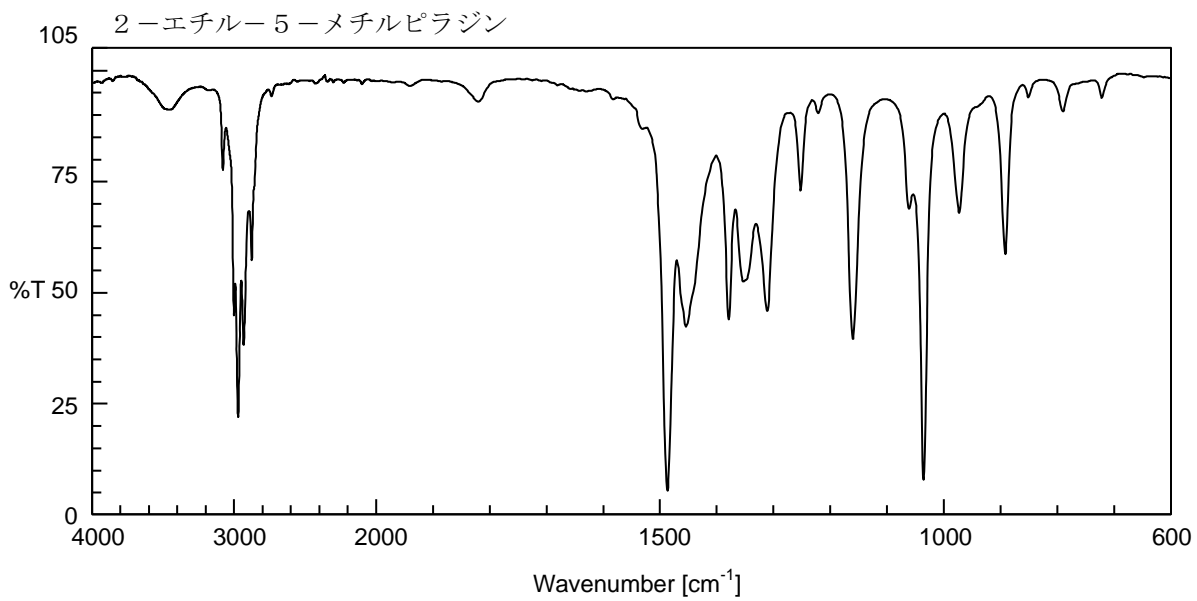


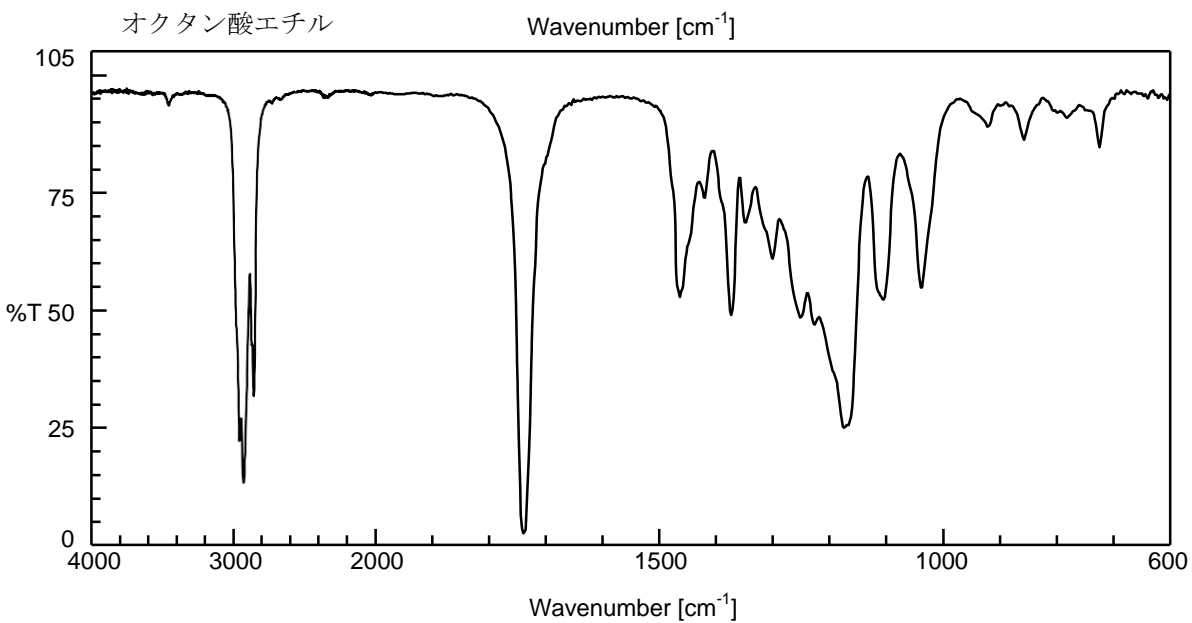
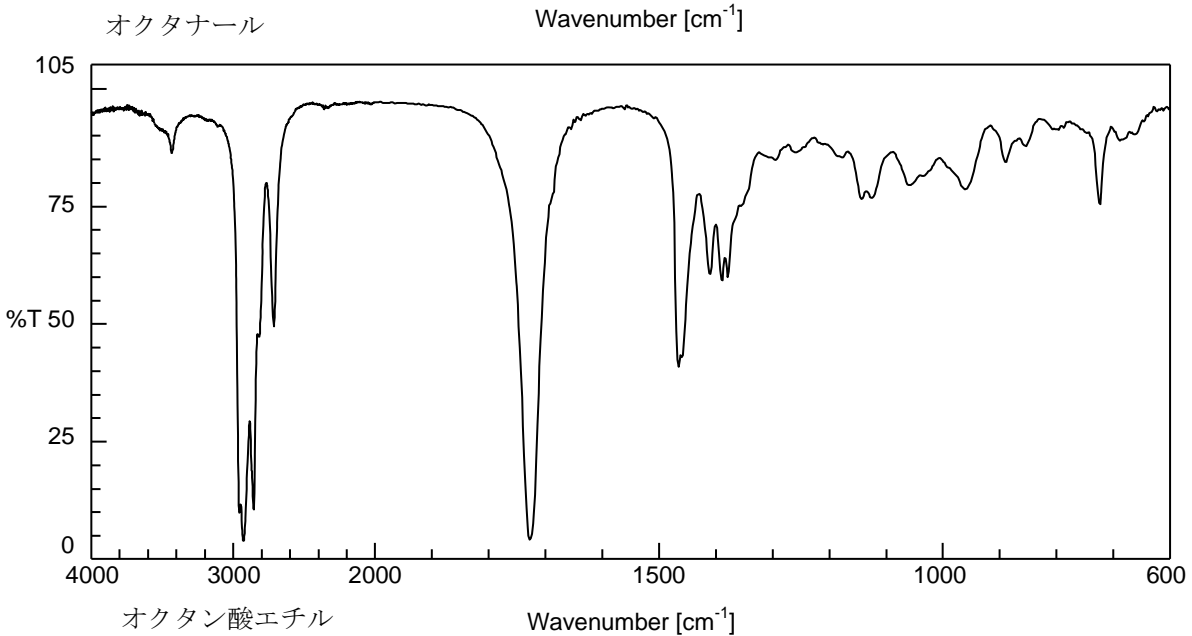
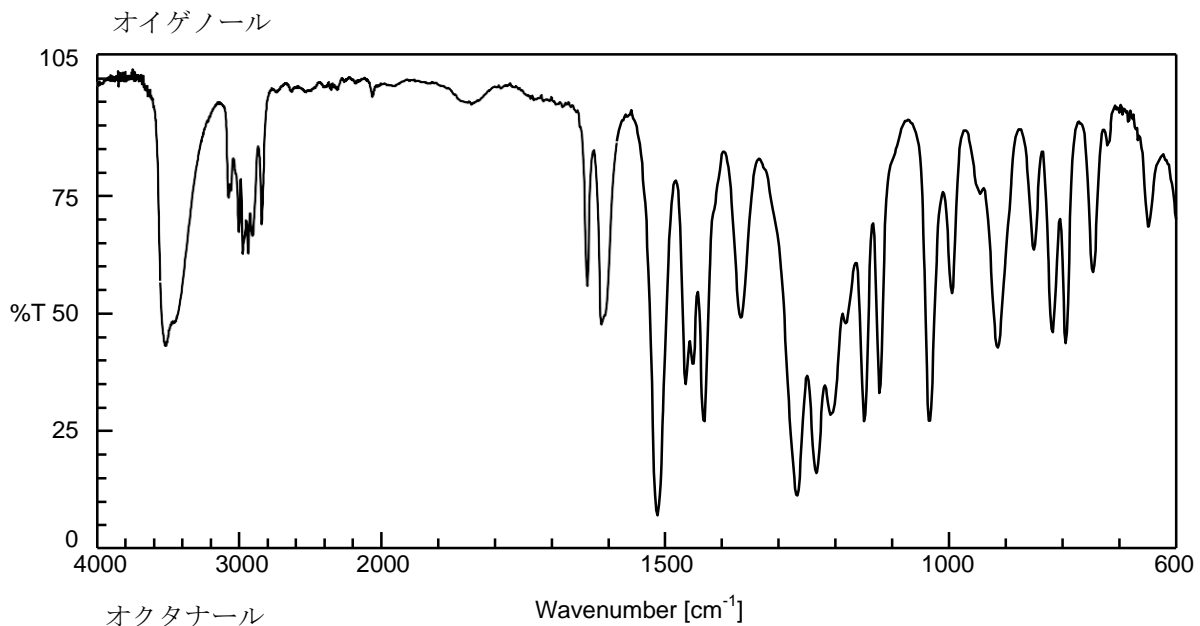


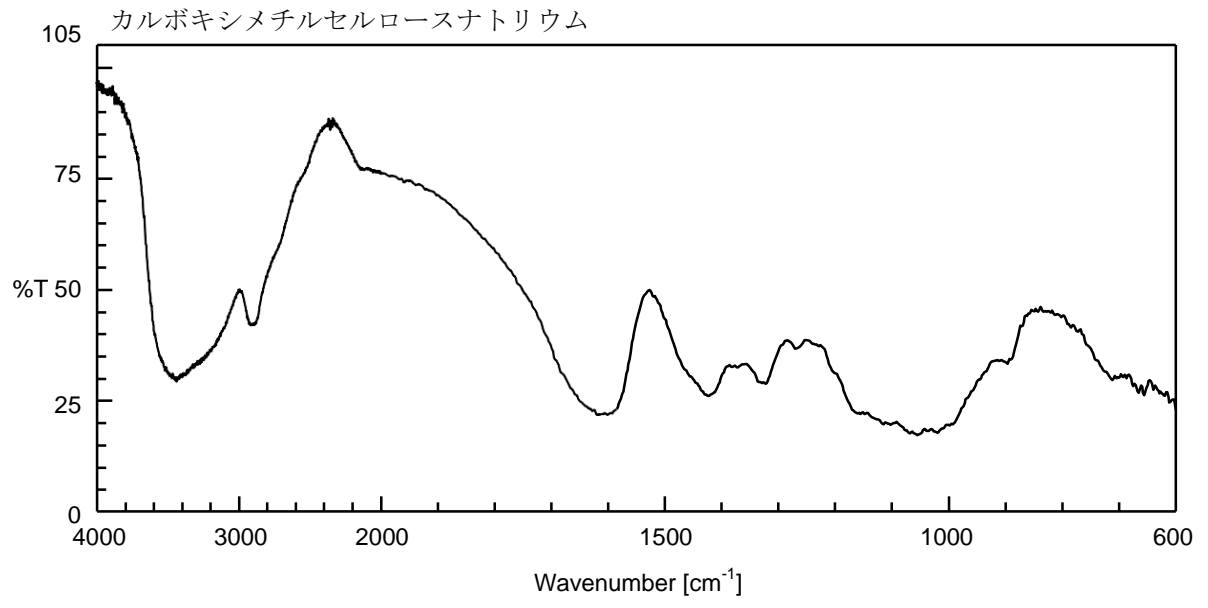
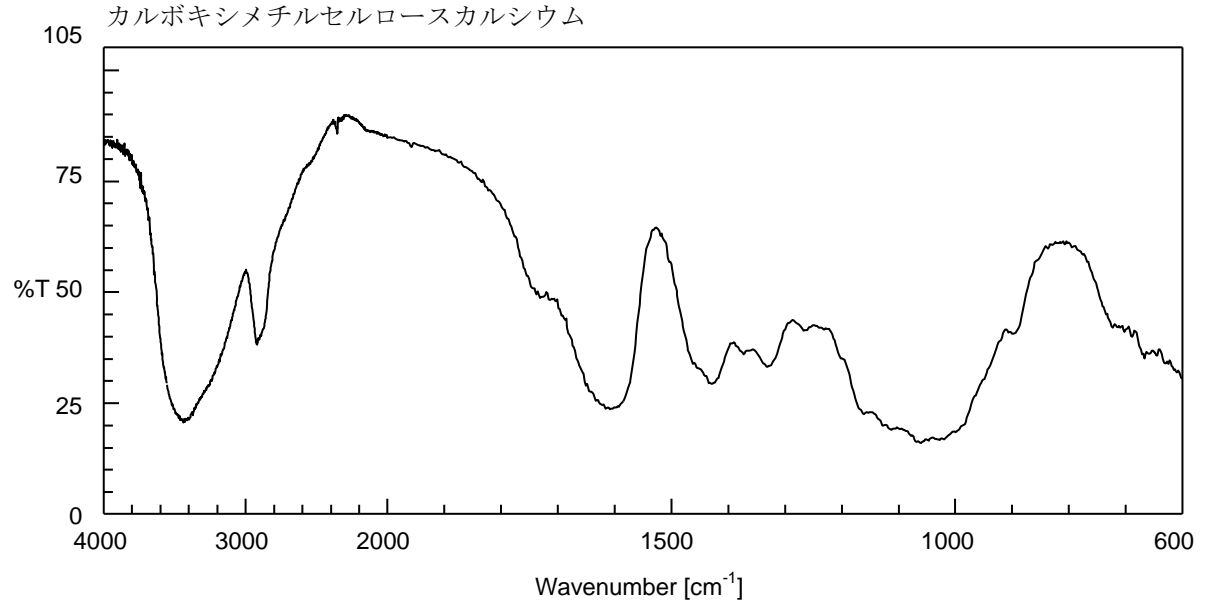
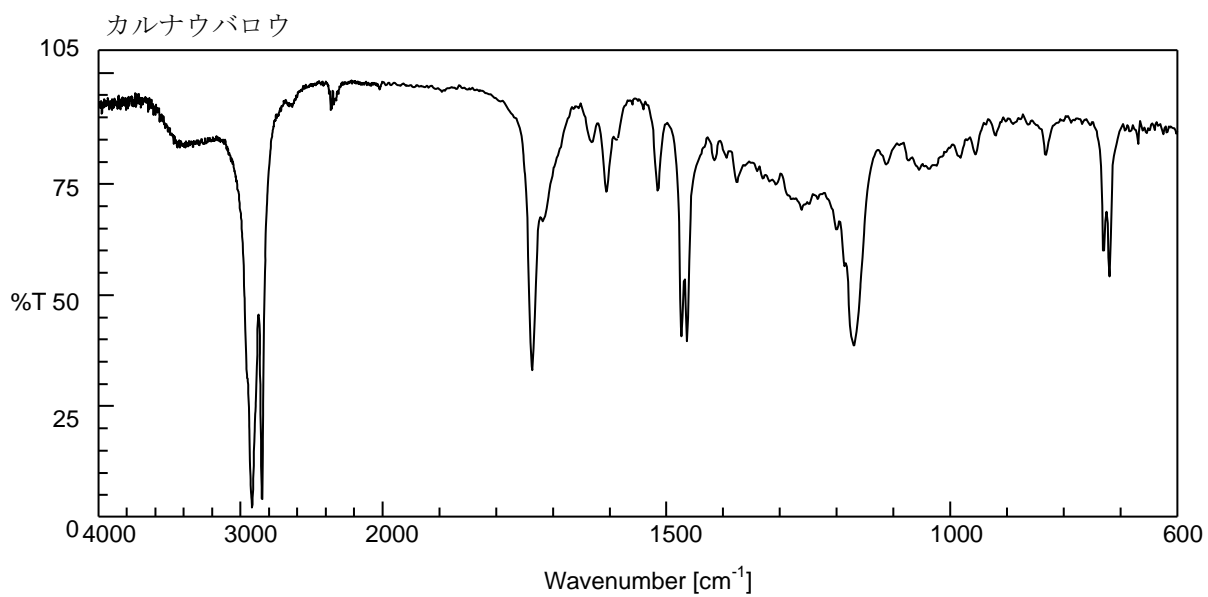


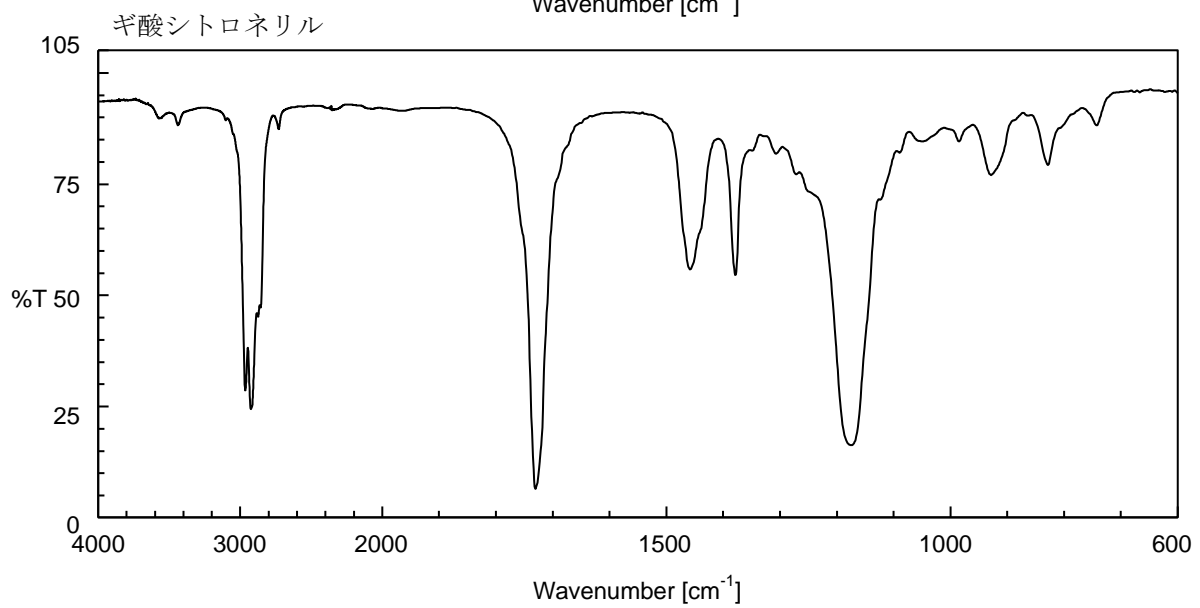
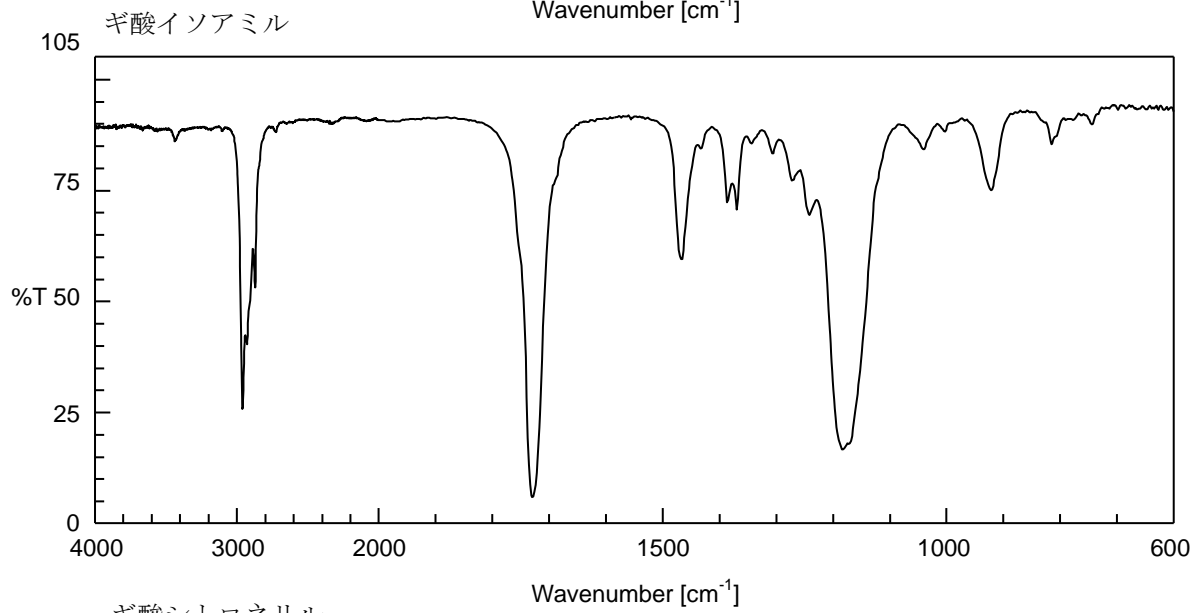
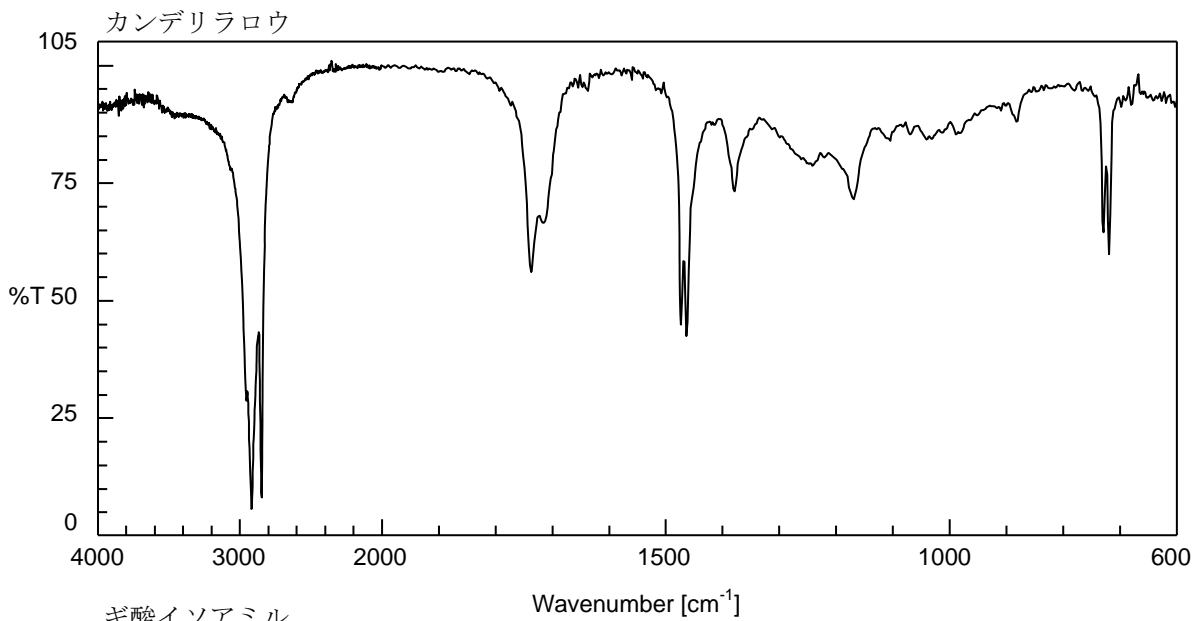


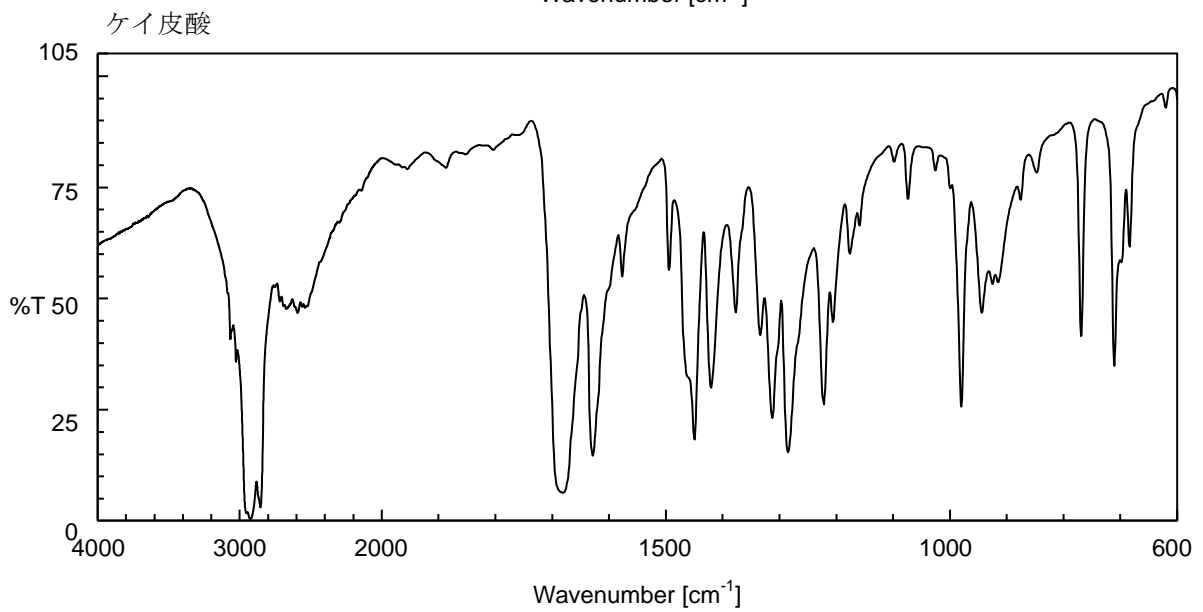
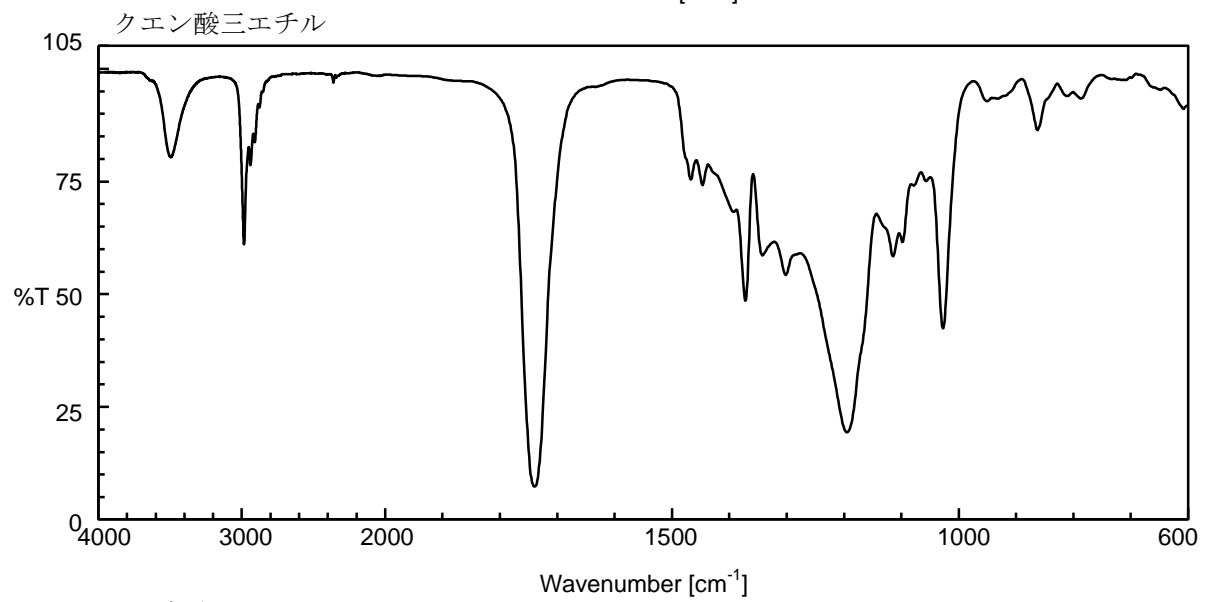
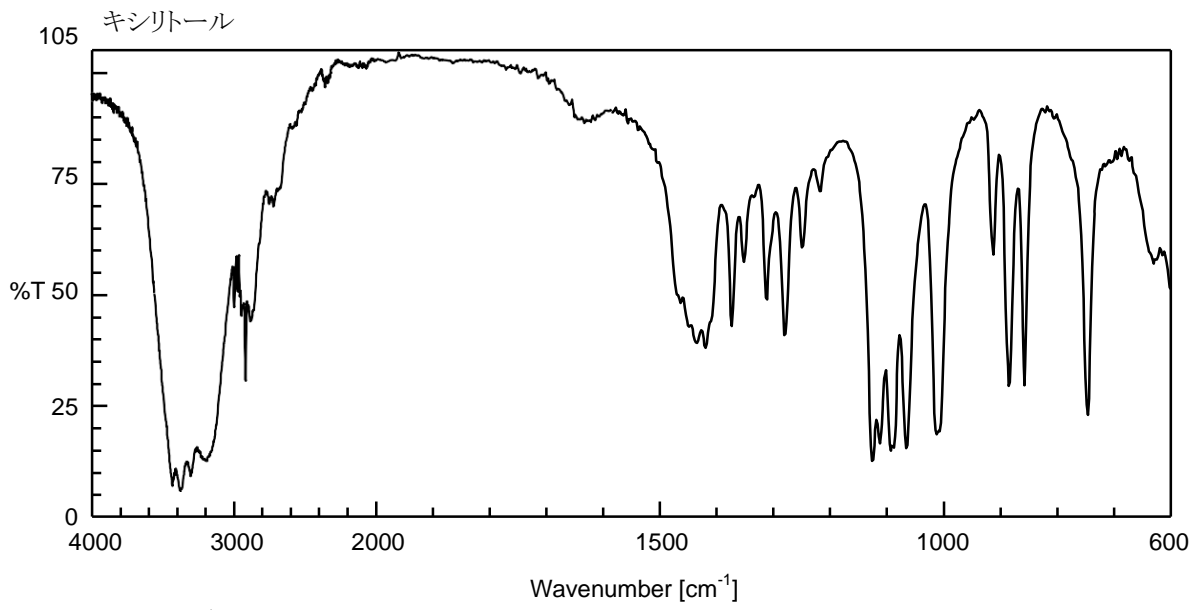


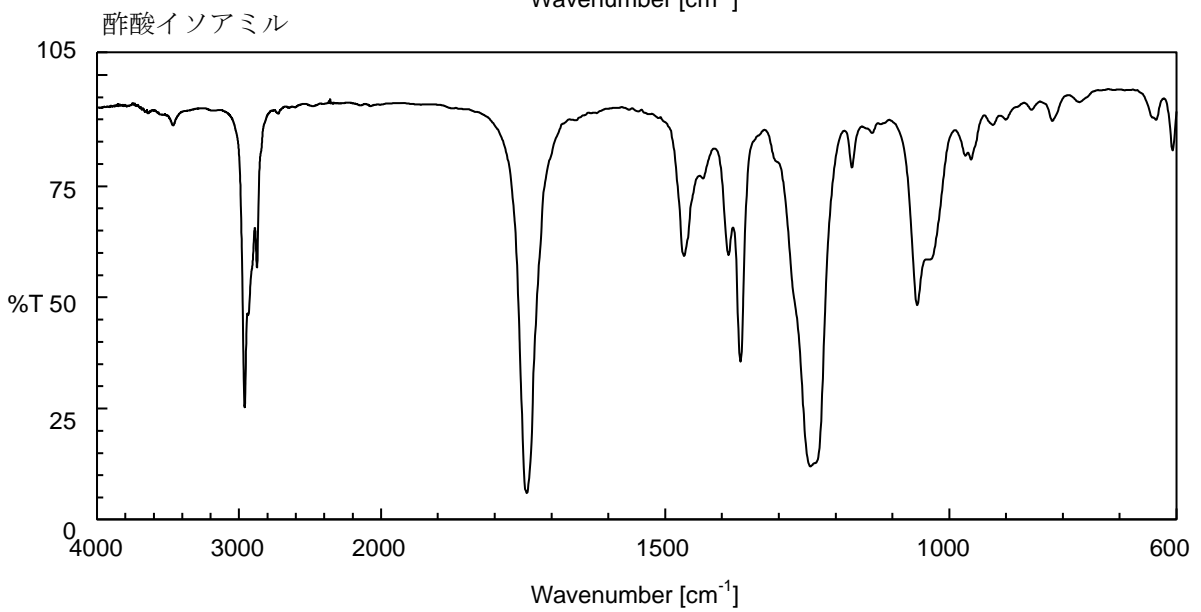
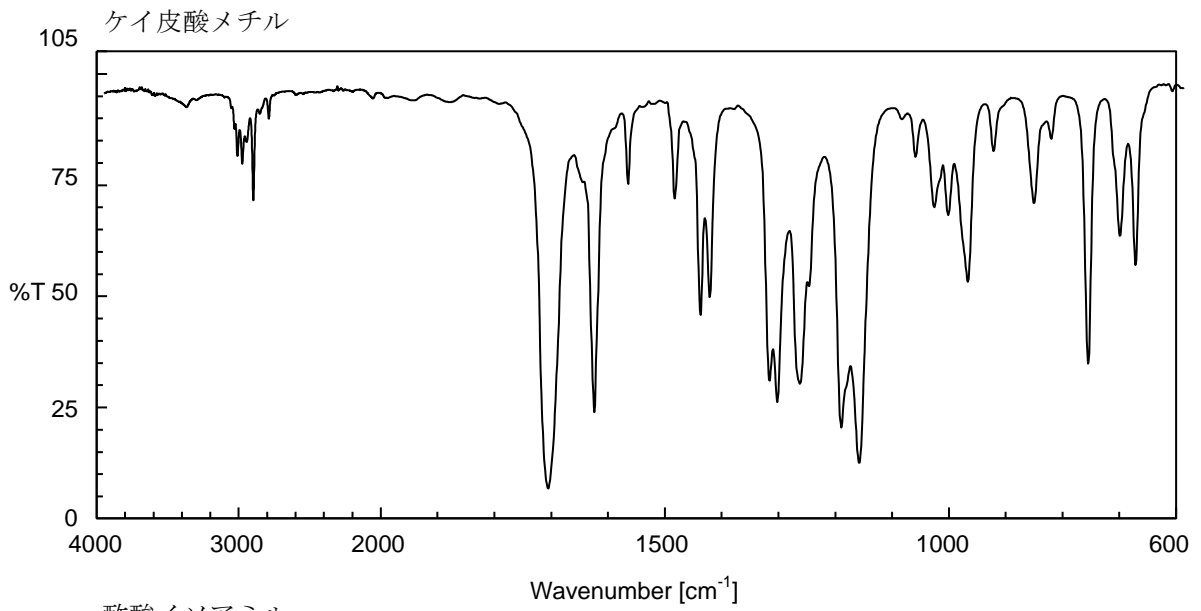
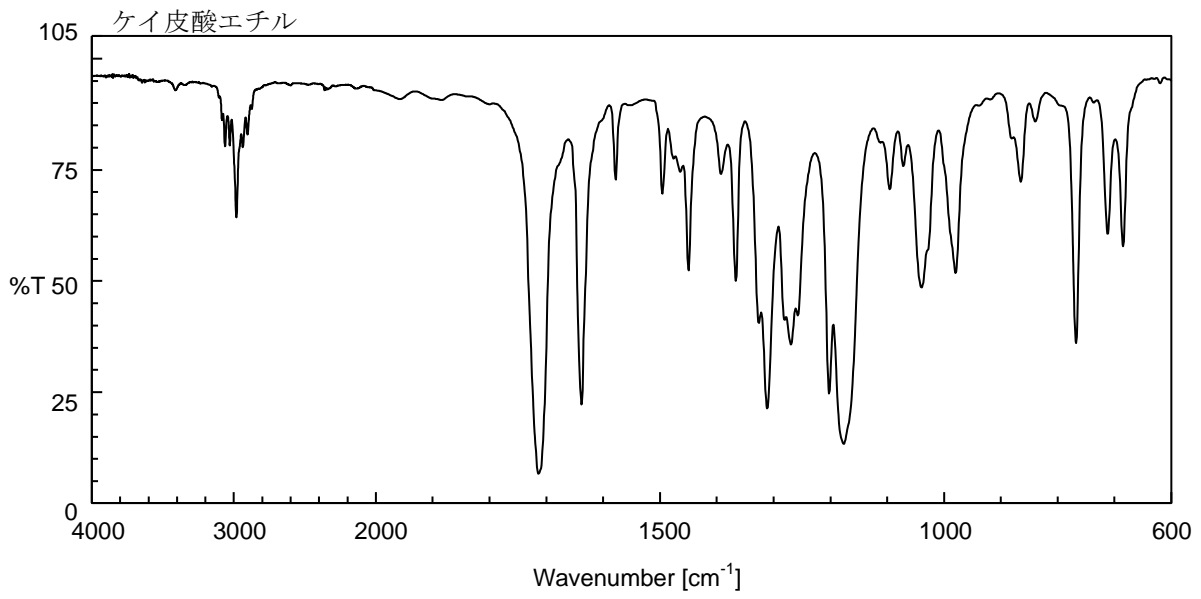


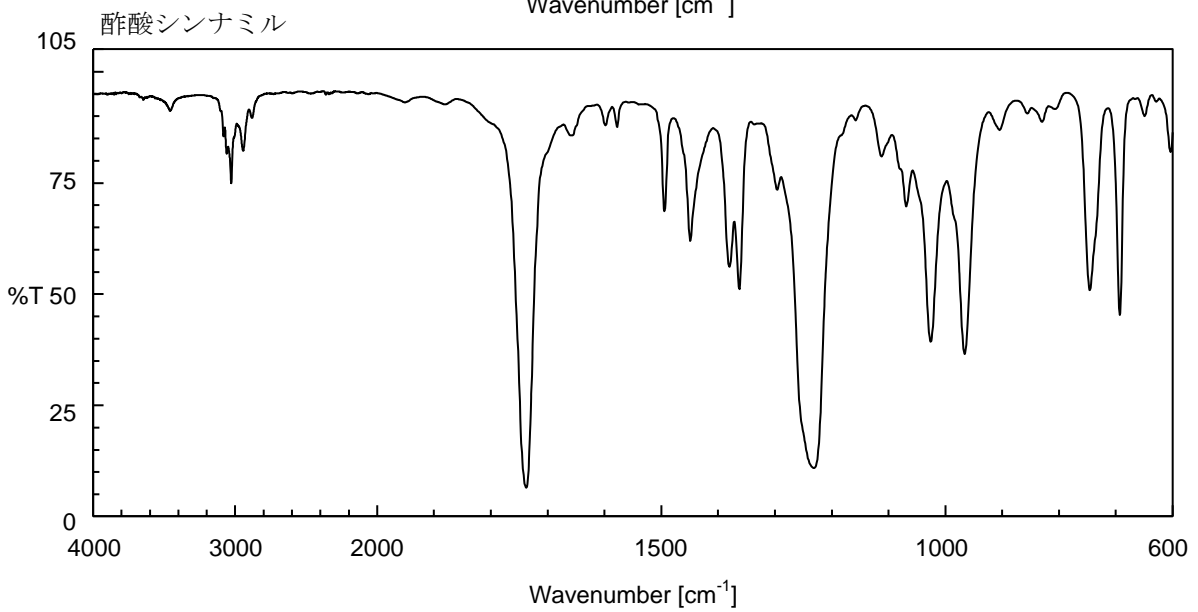
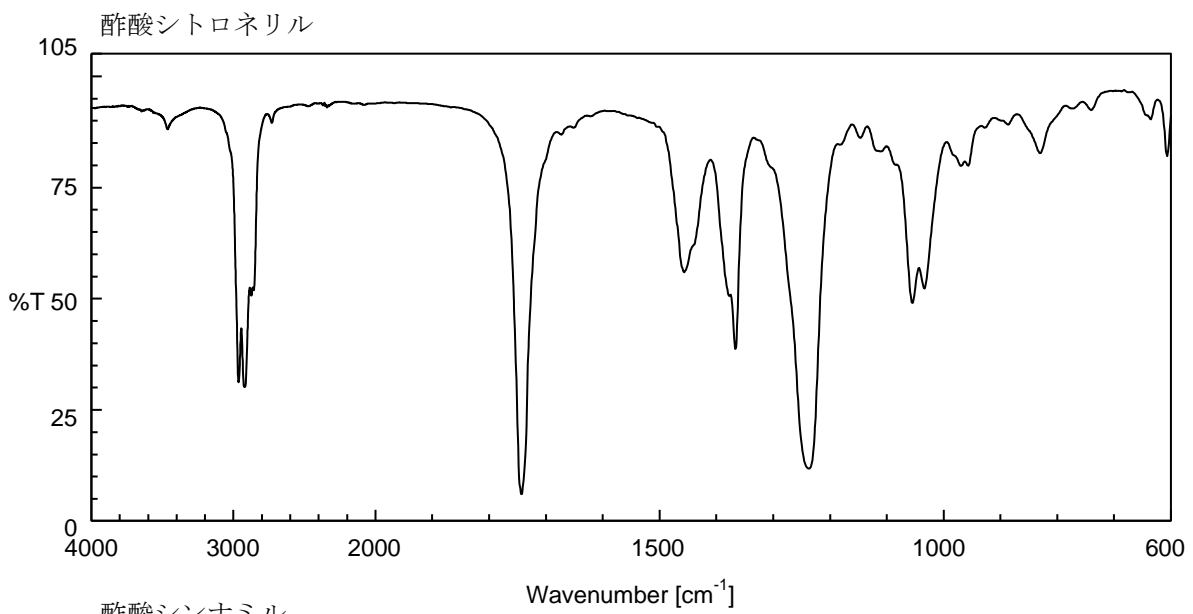
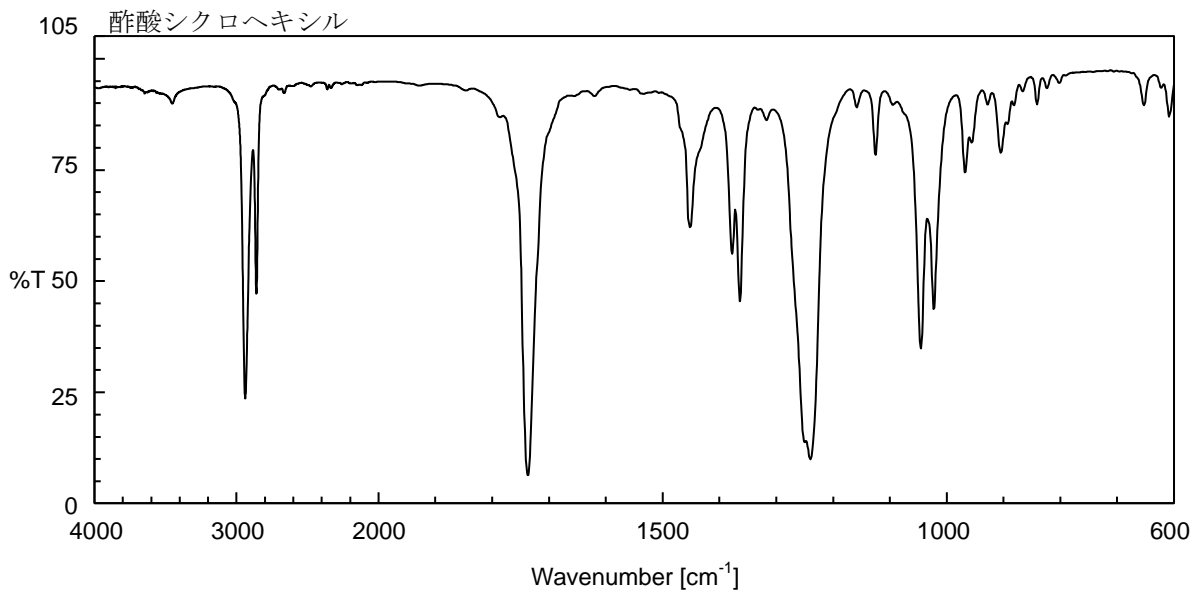


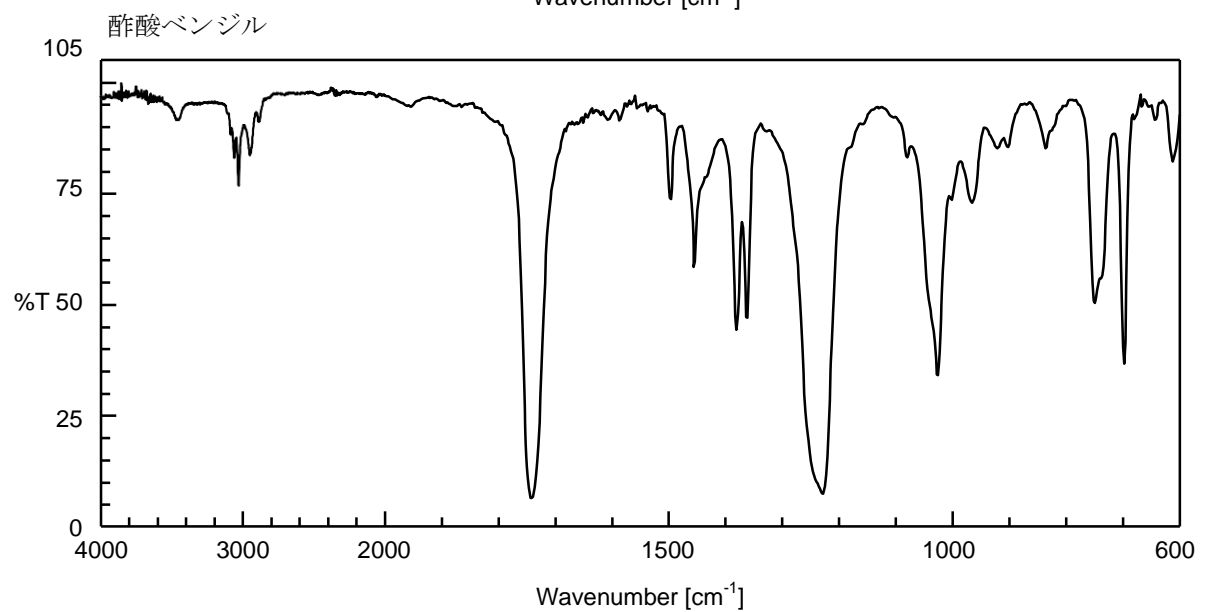
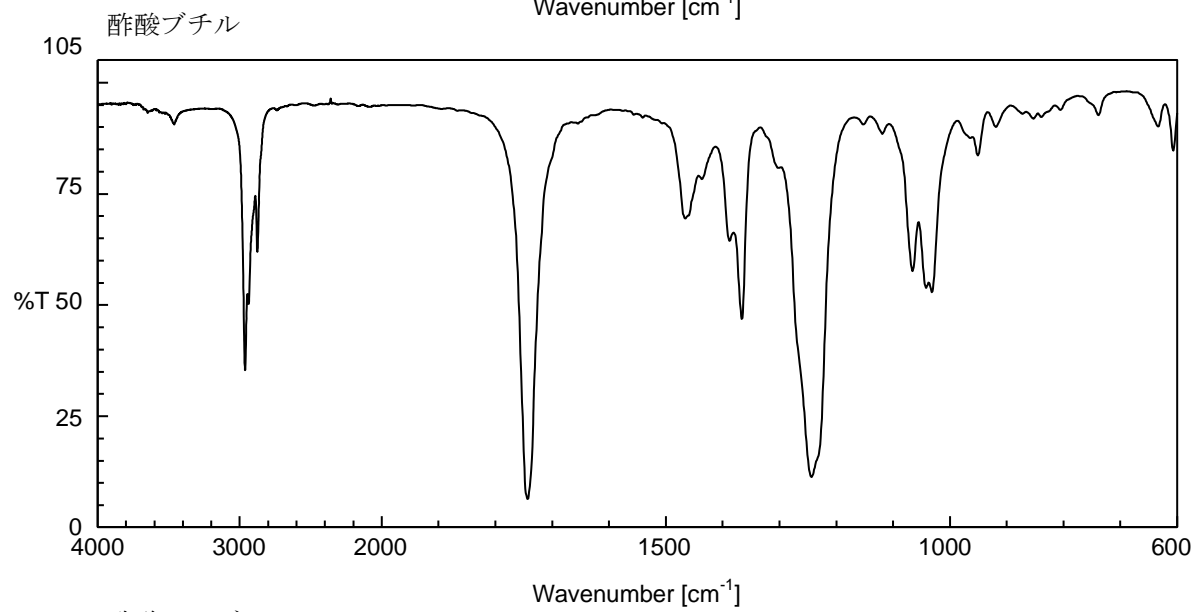
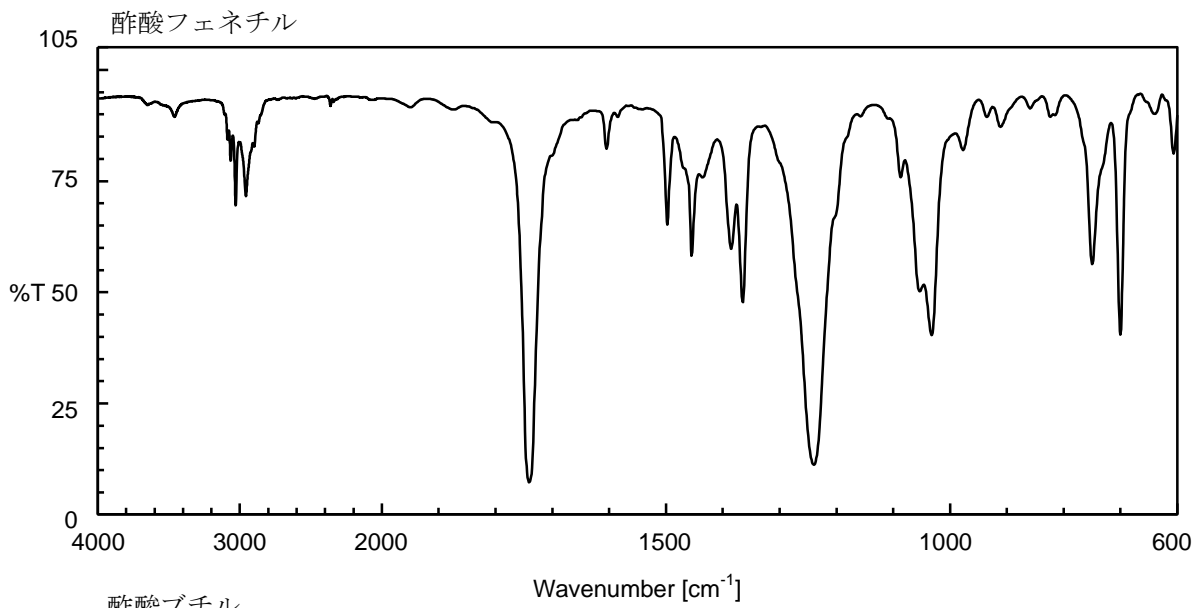


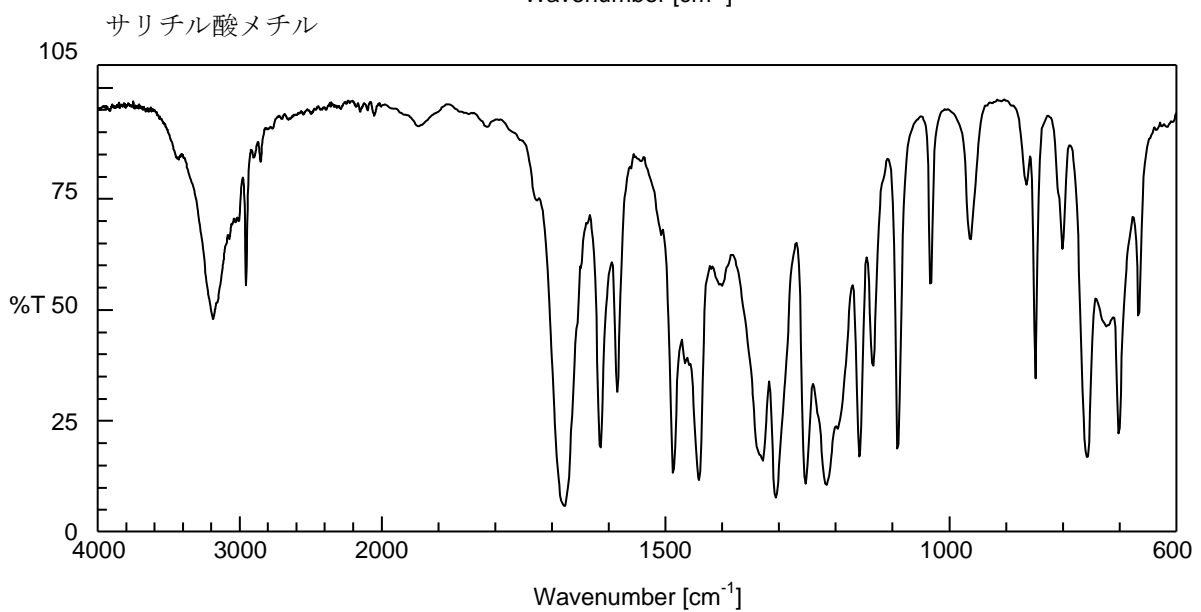
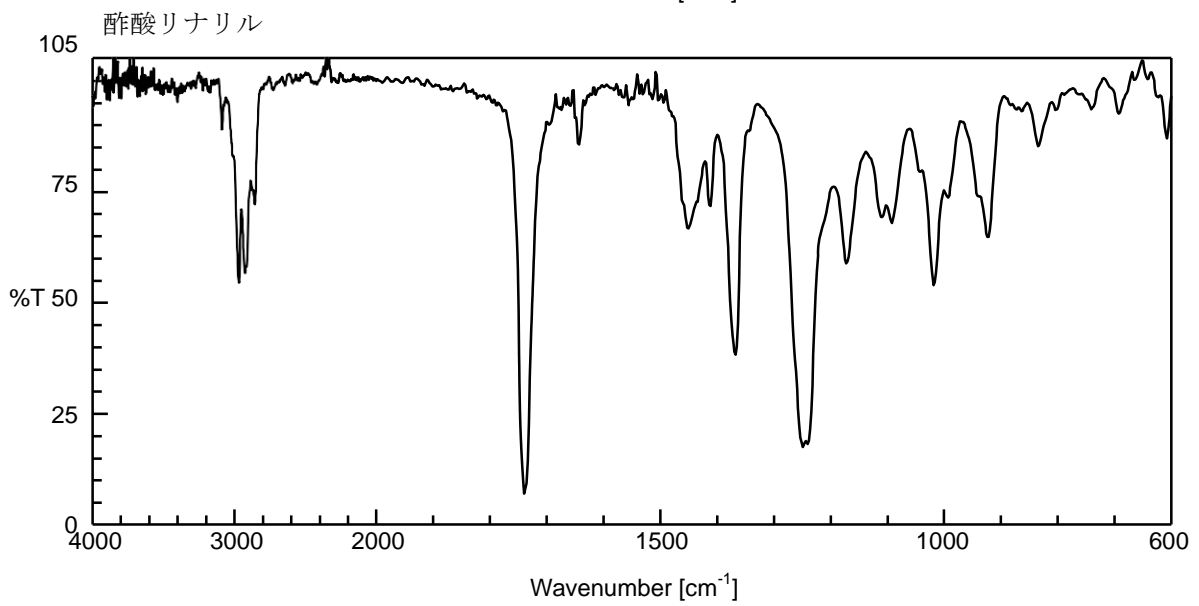
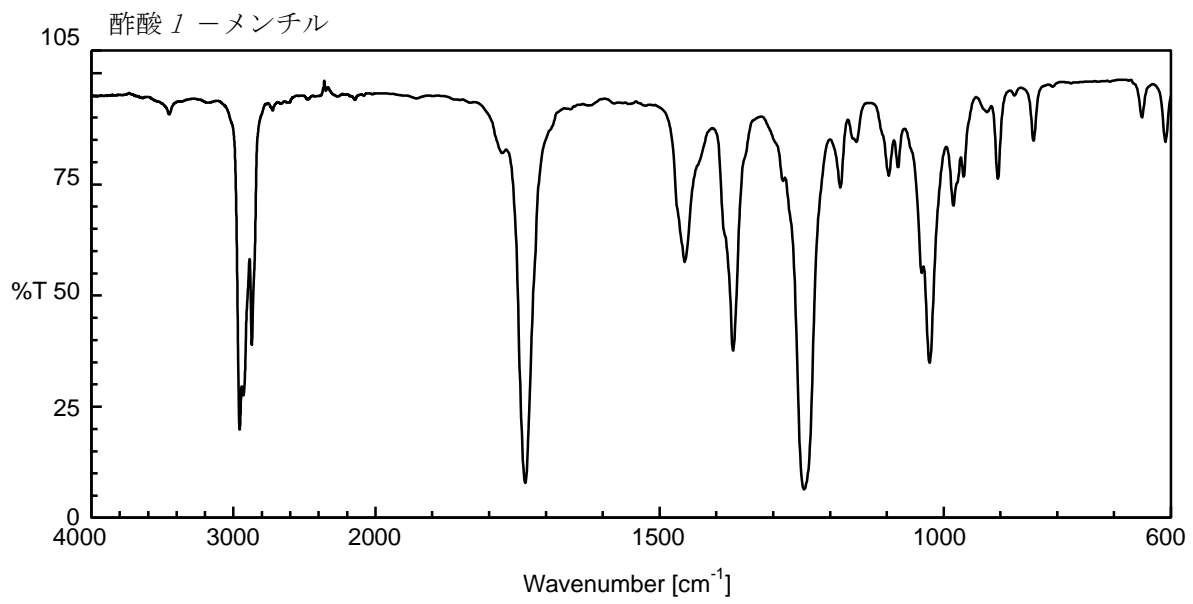


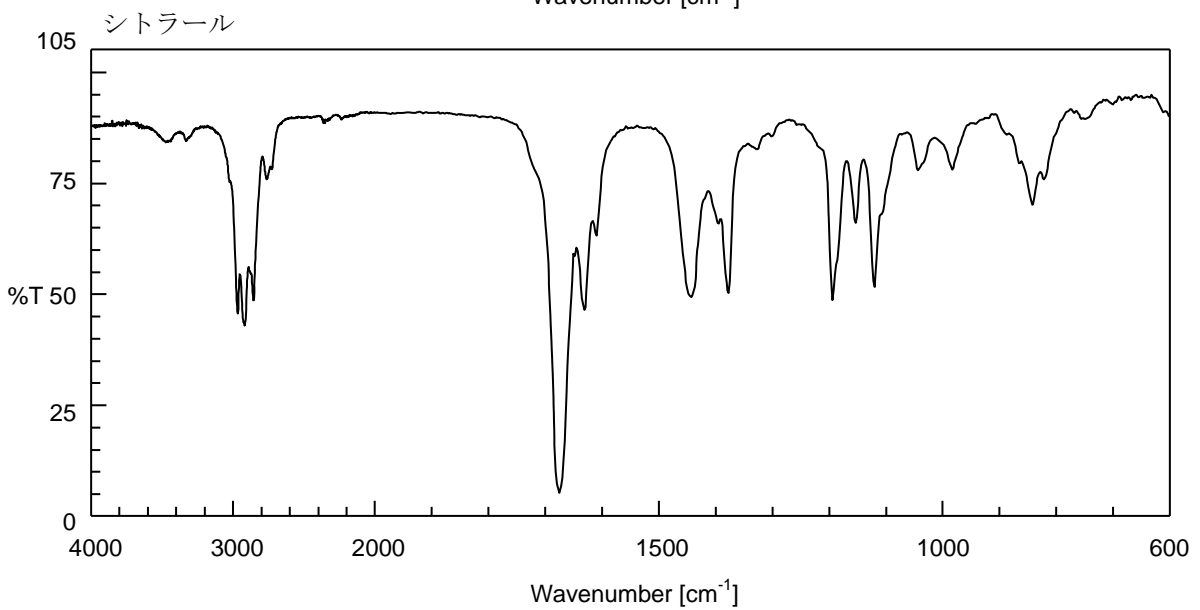
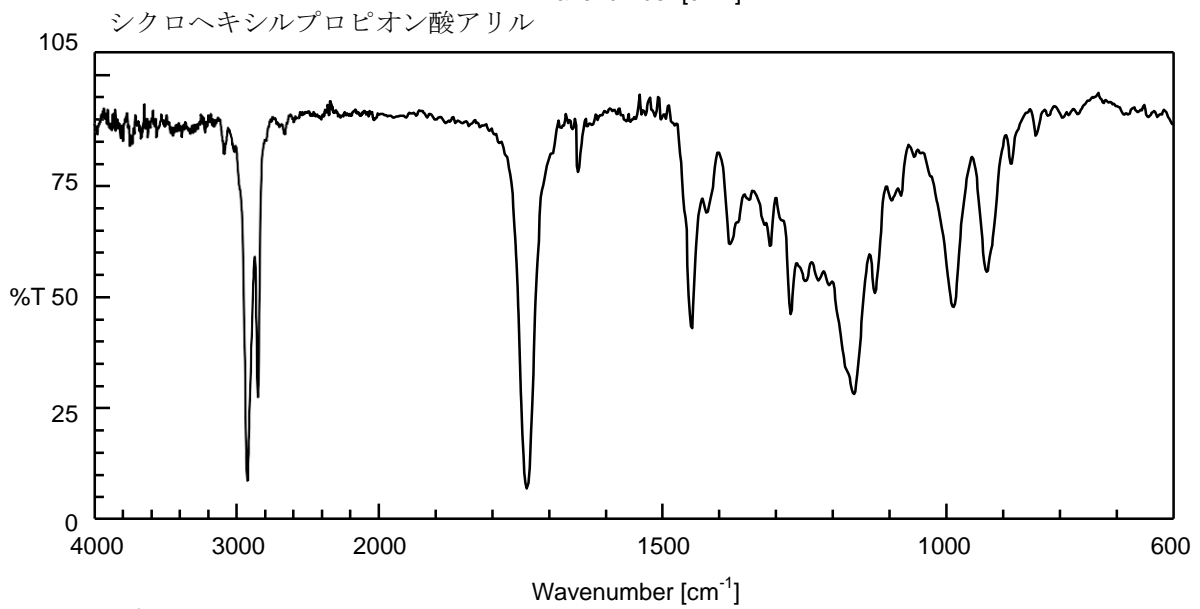
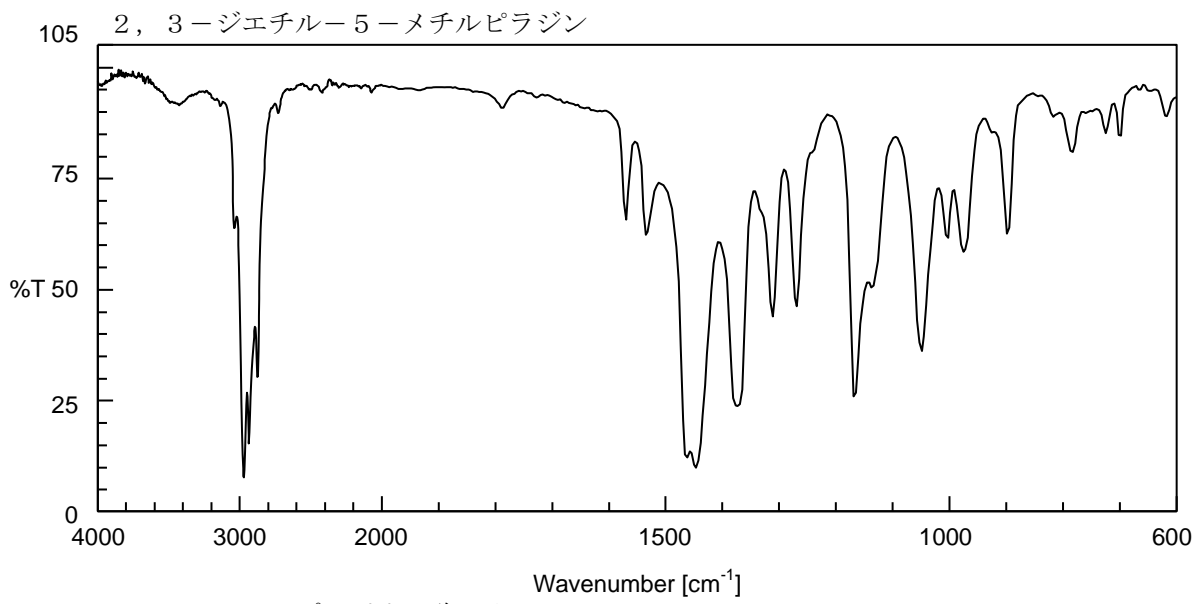


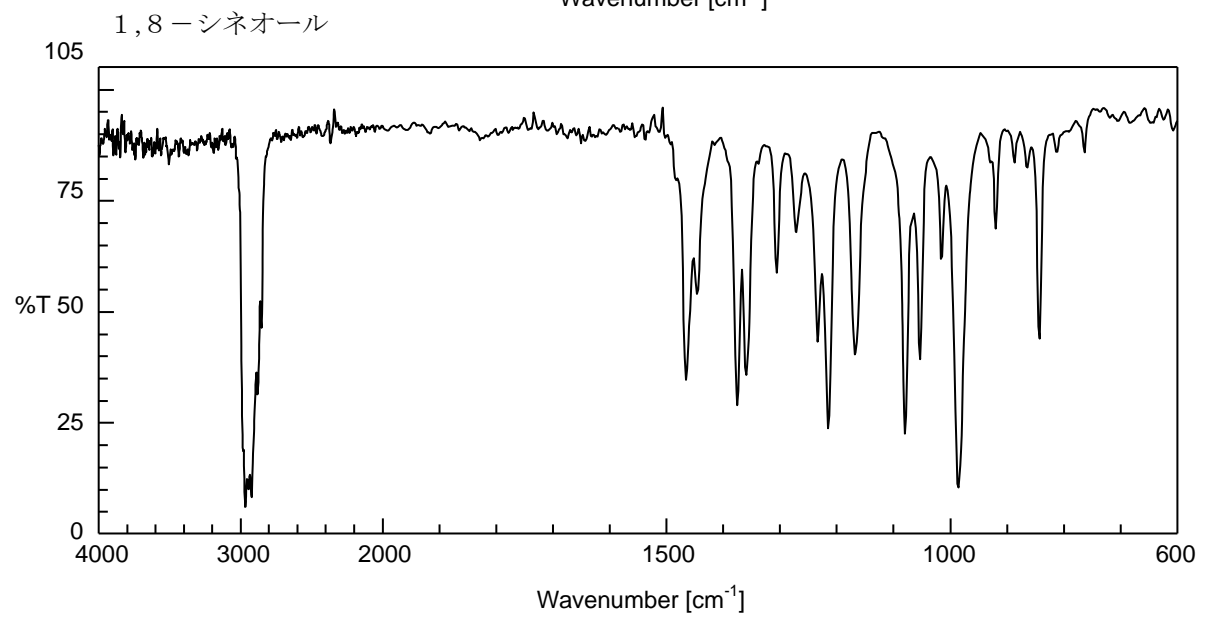
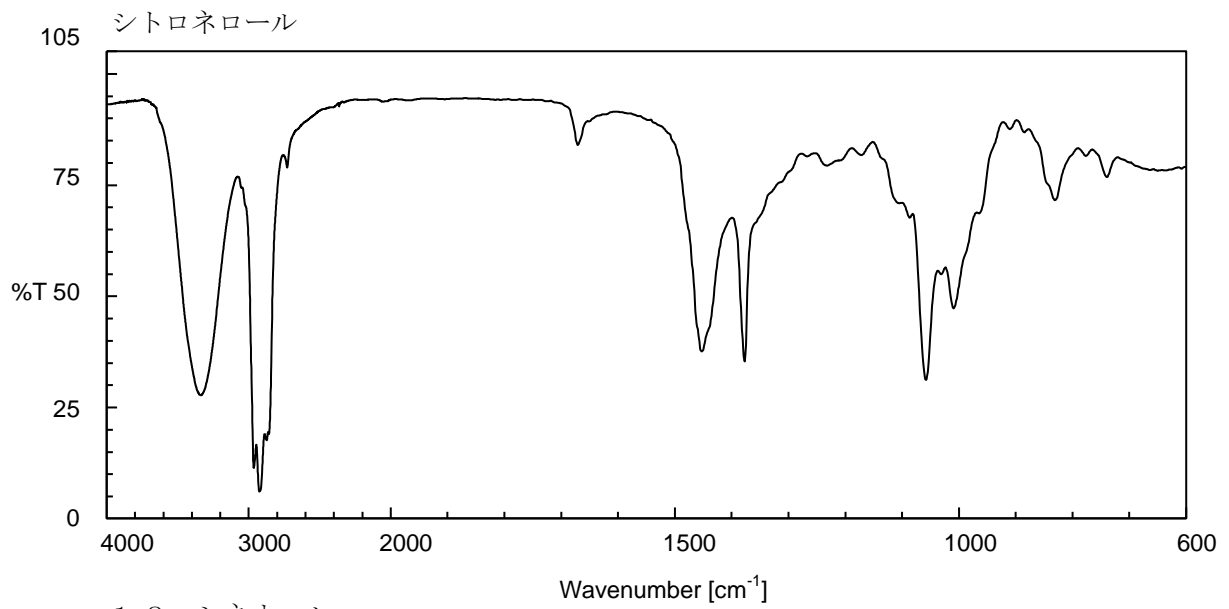
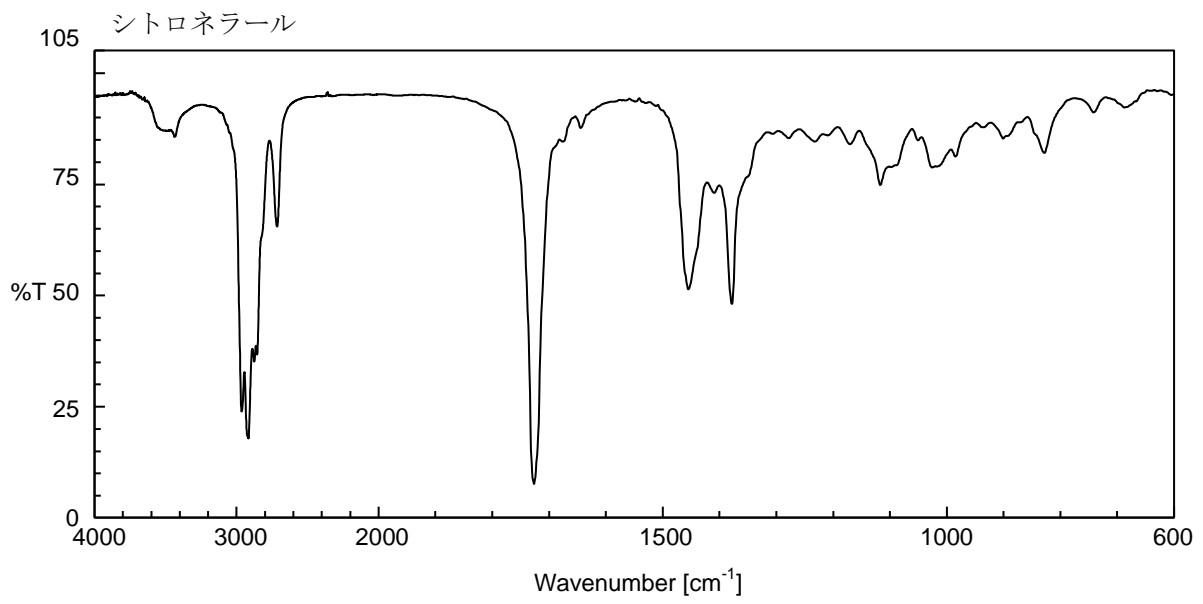


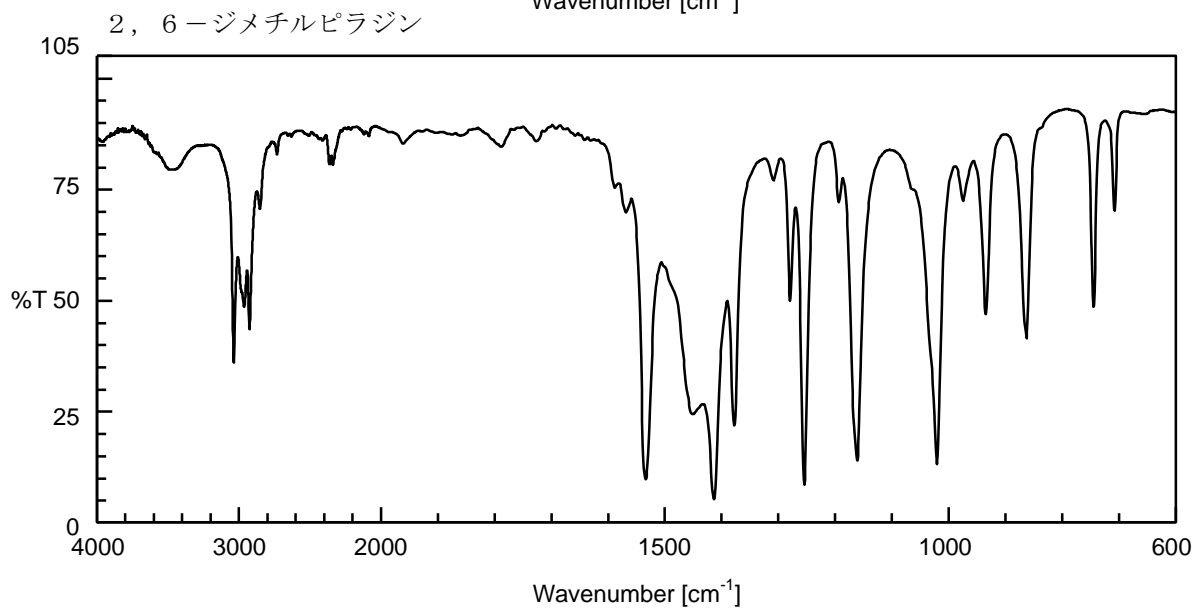
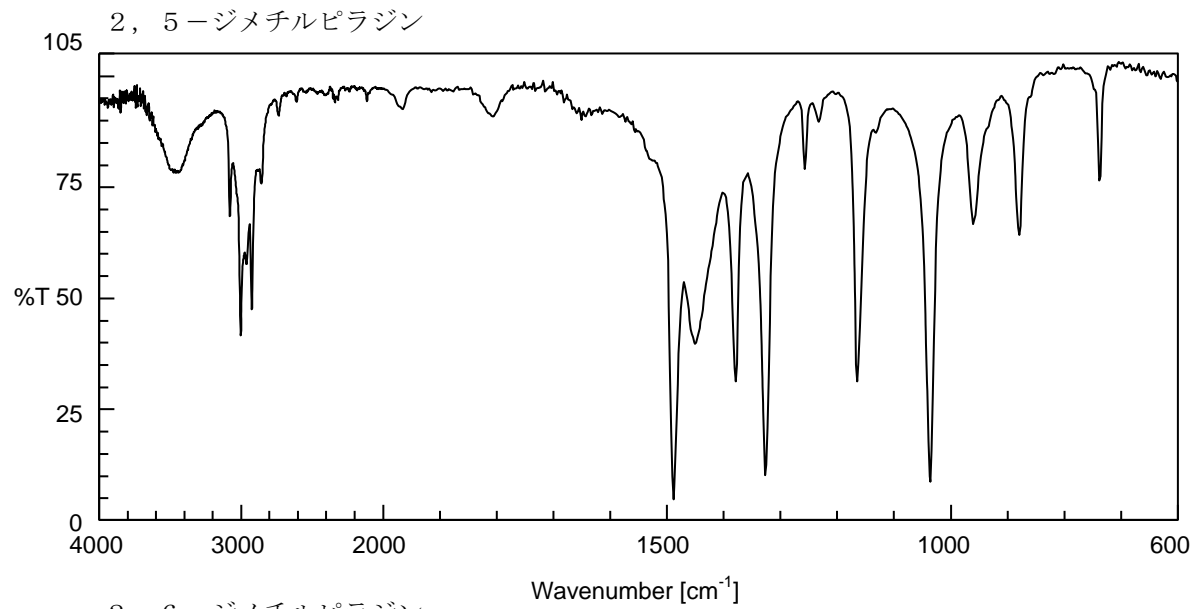
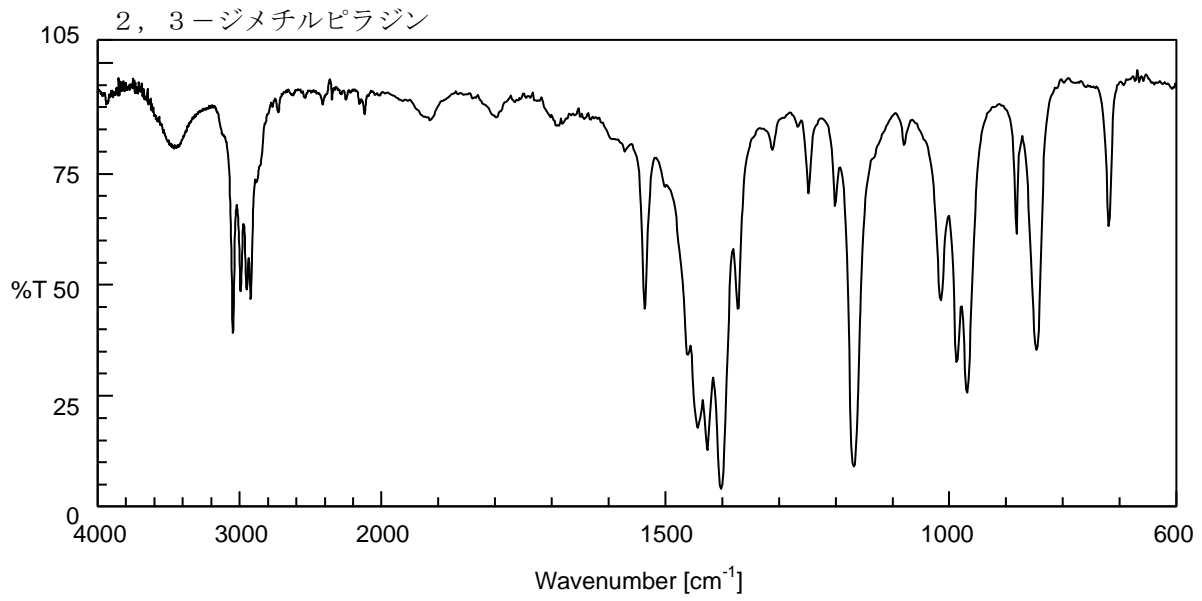




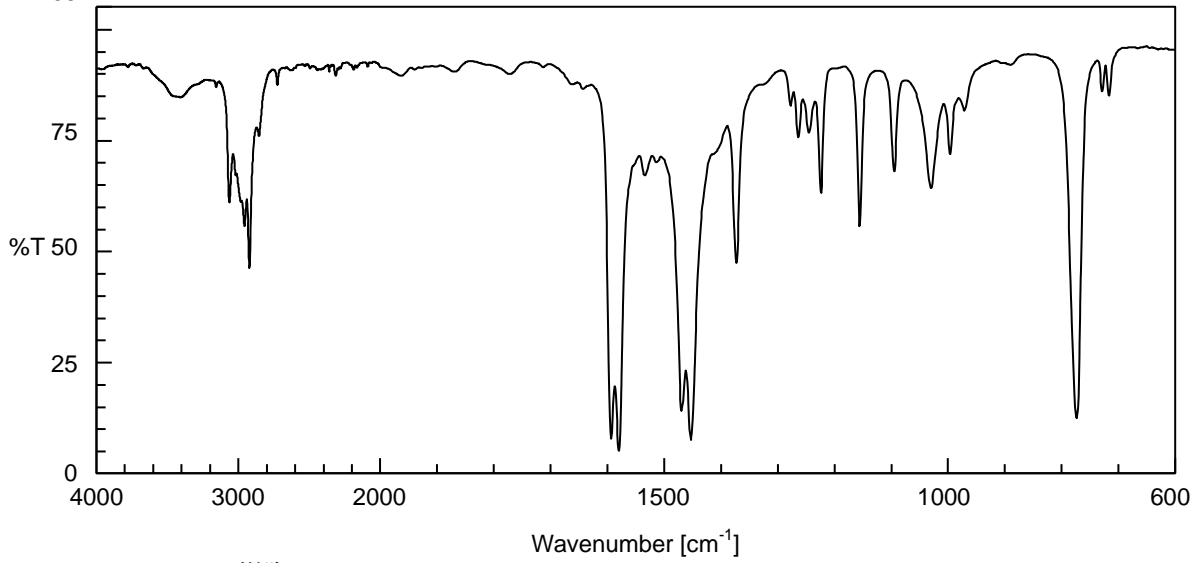




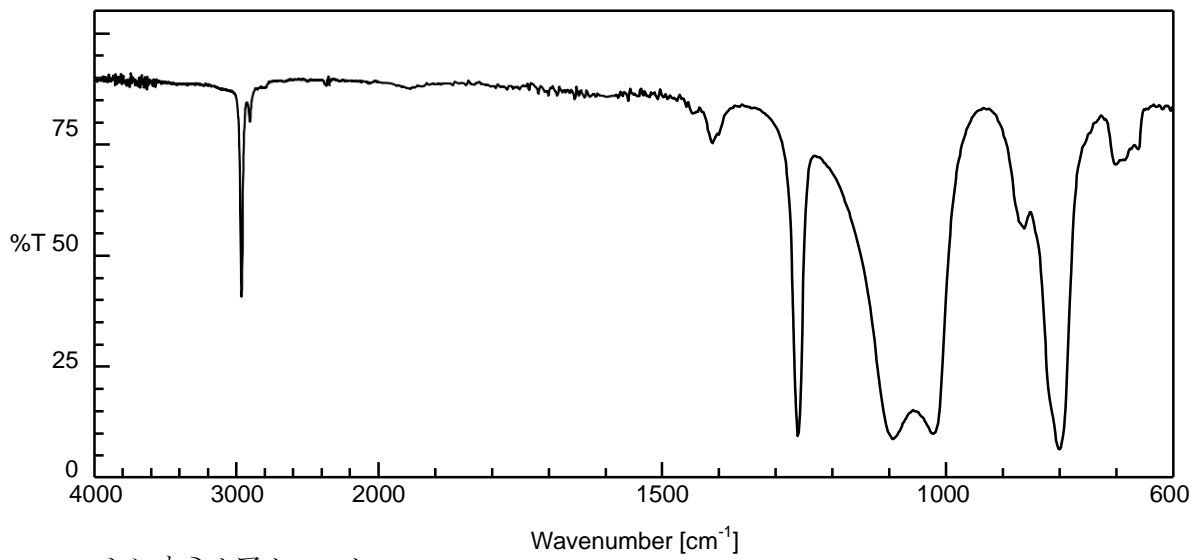




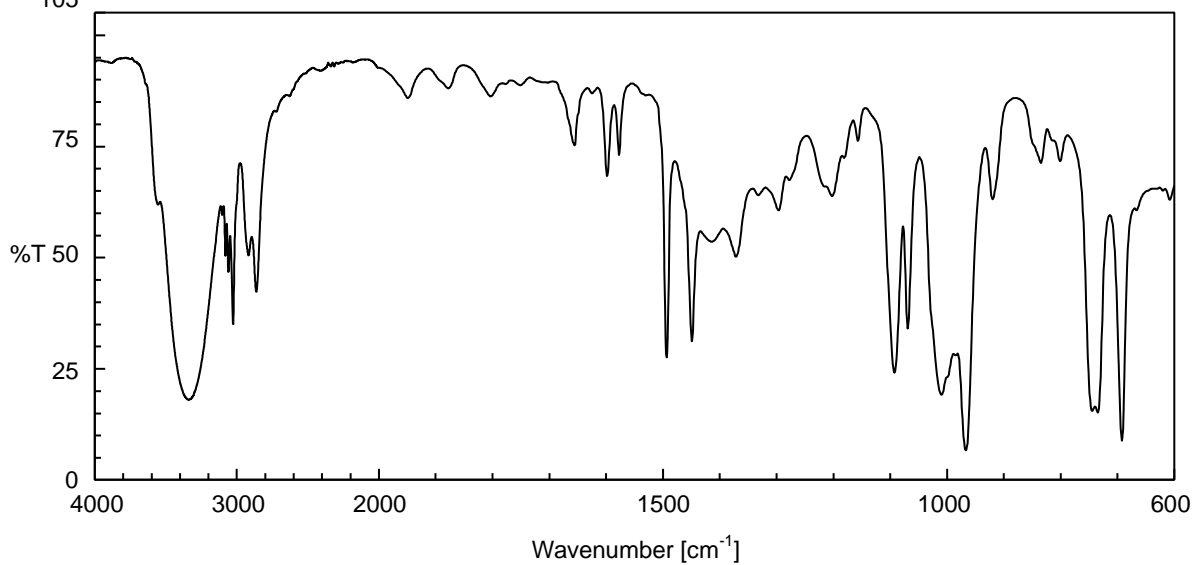
105 2, 6-ジメチルピリジン

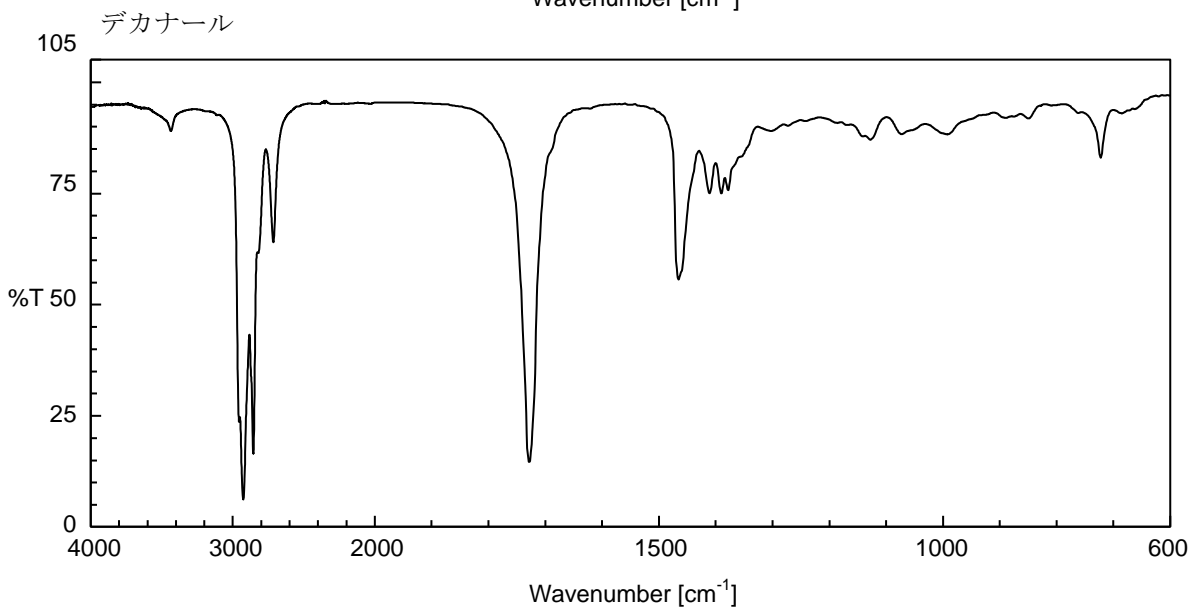
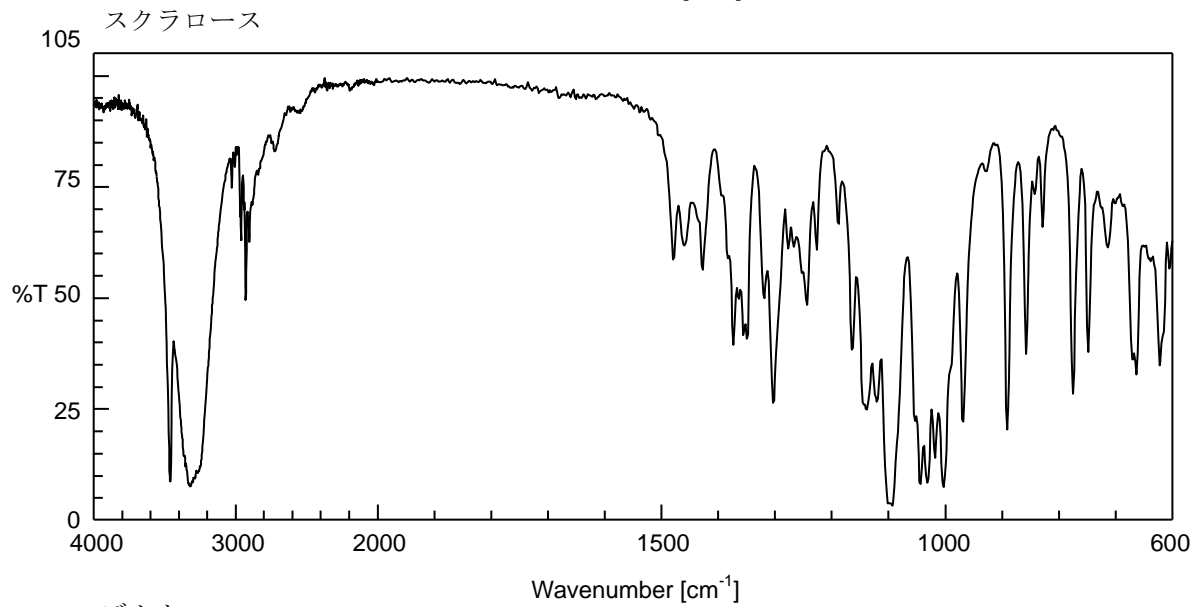
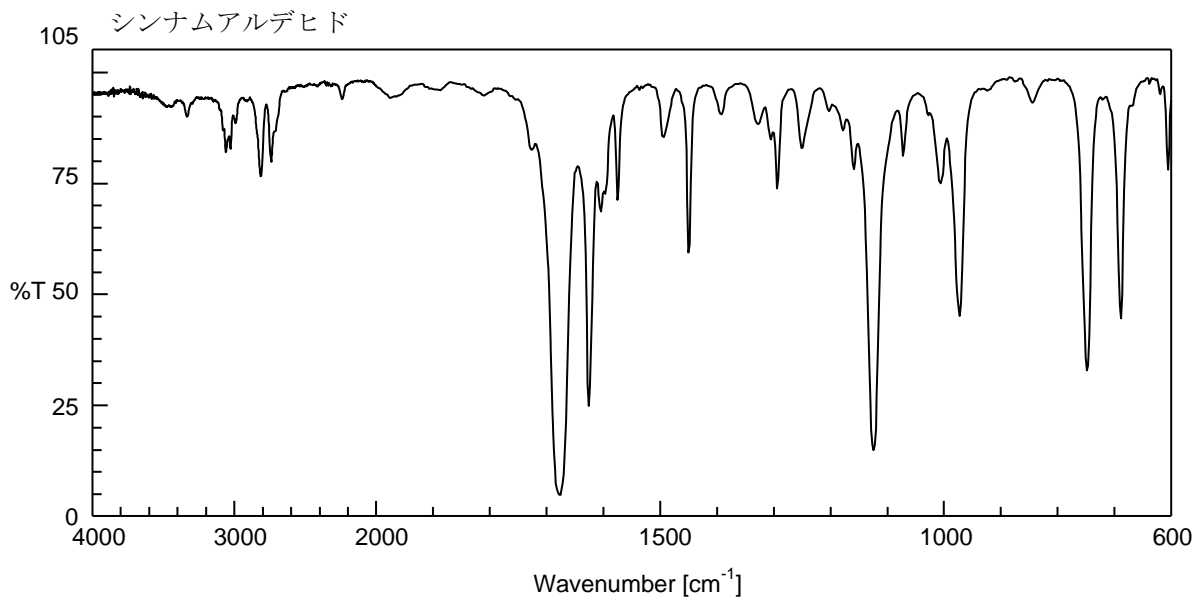


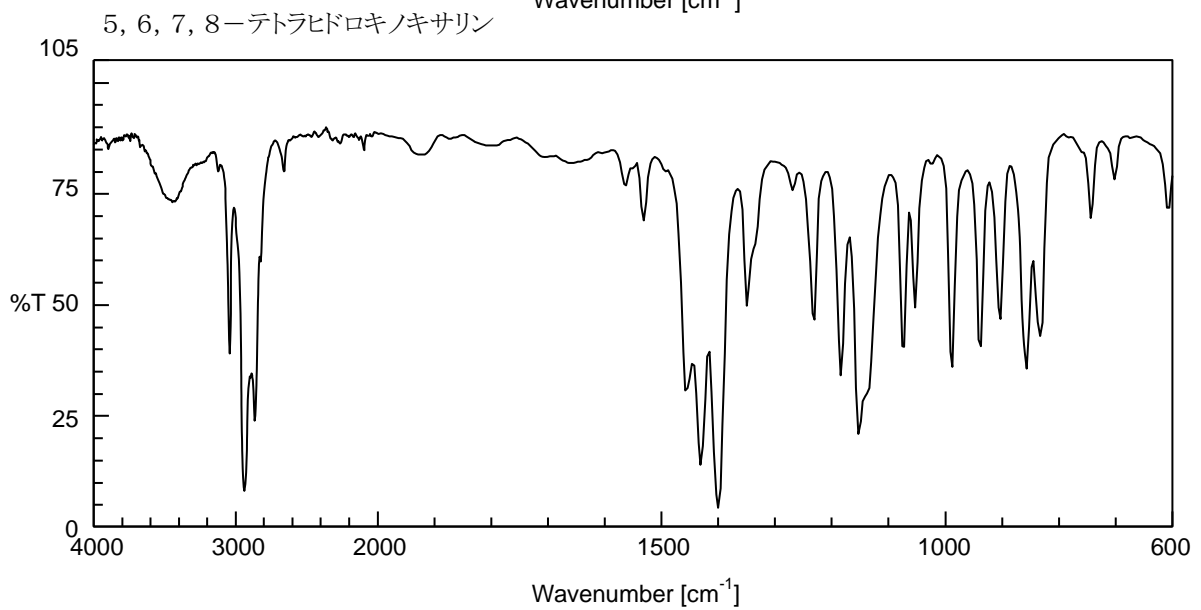
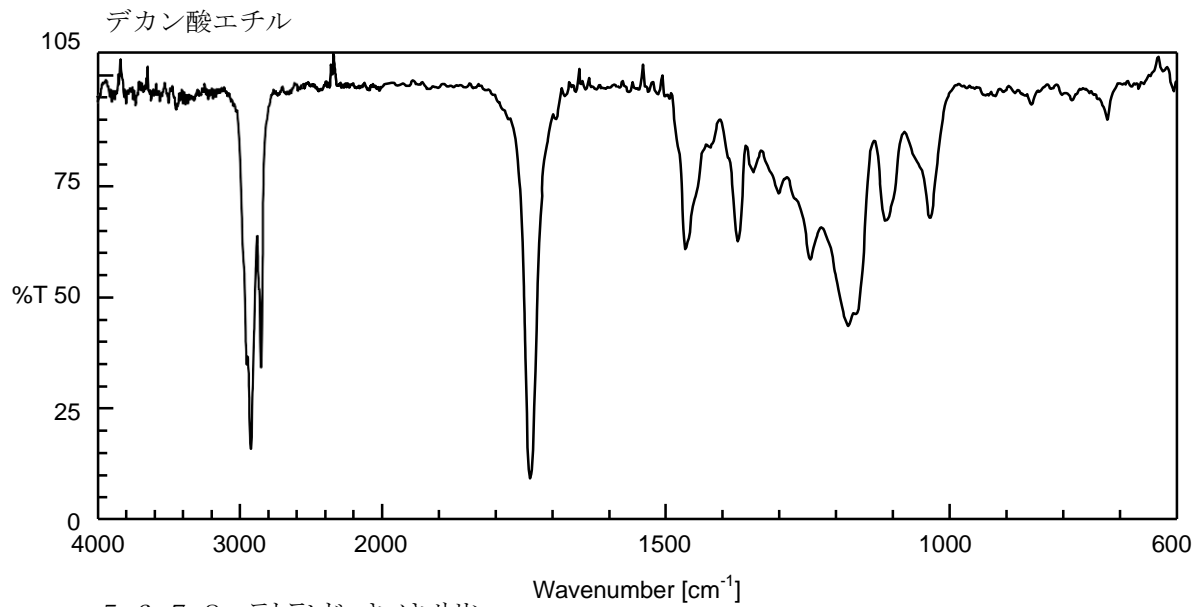
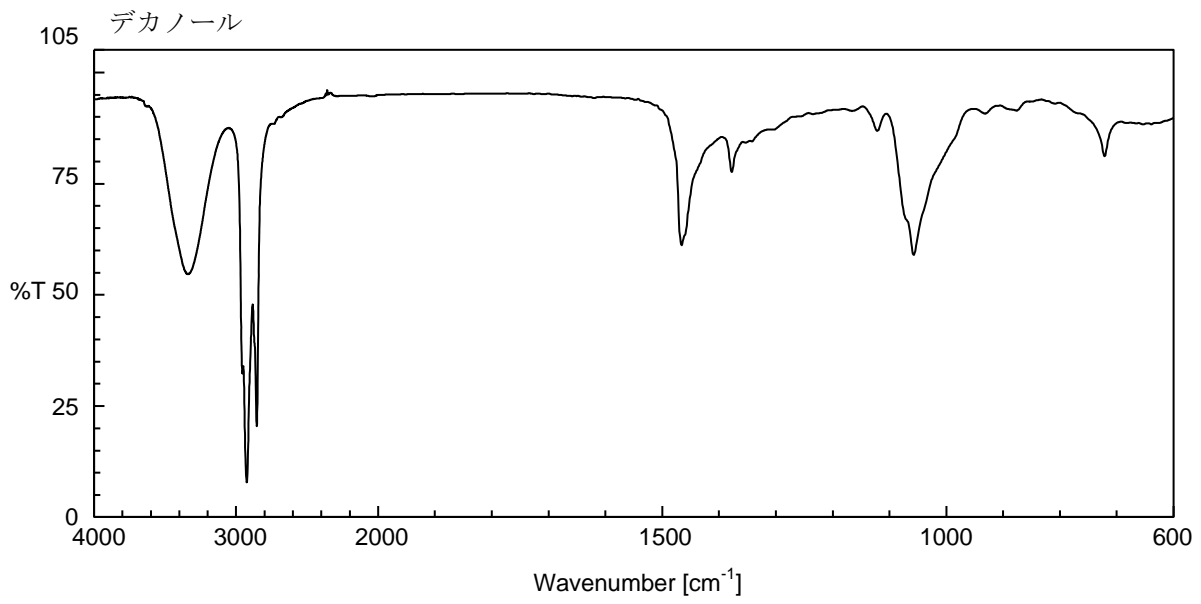
105 シリコン樹脂



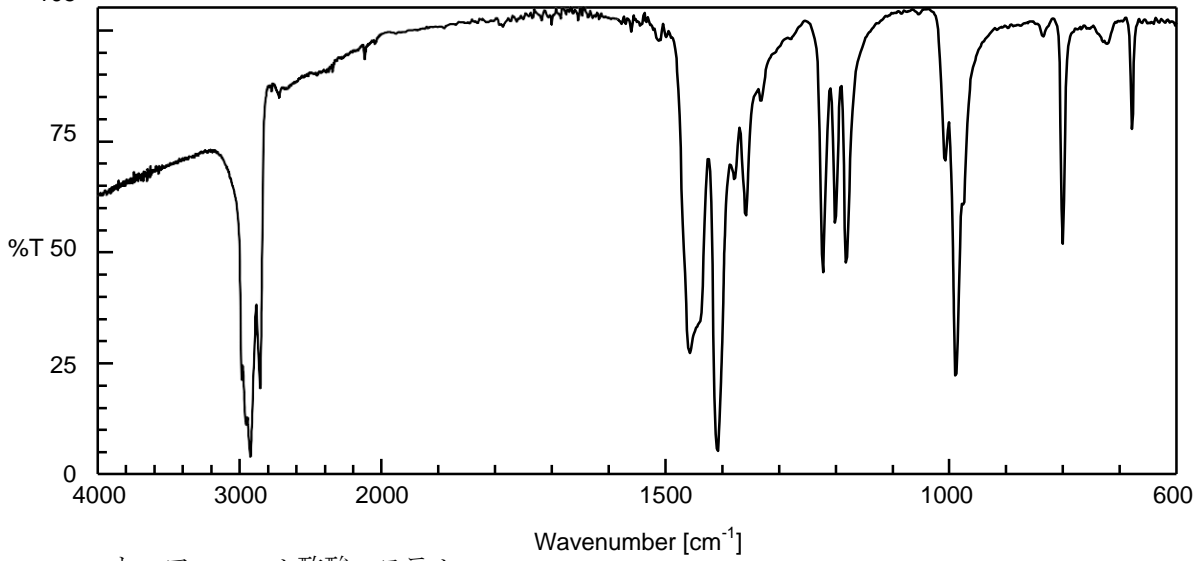
105 シンナミルアルコール



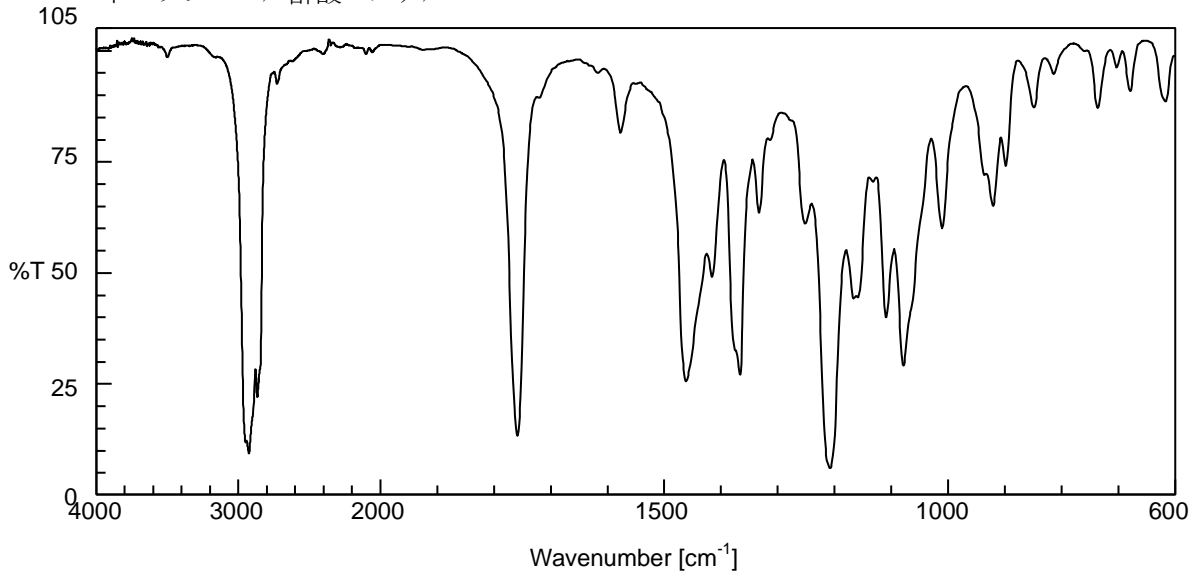




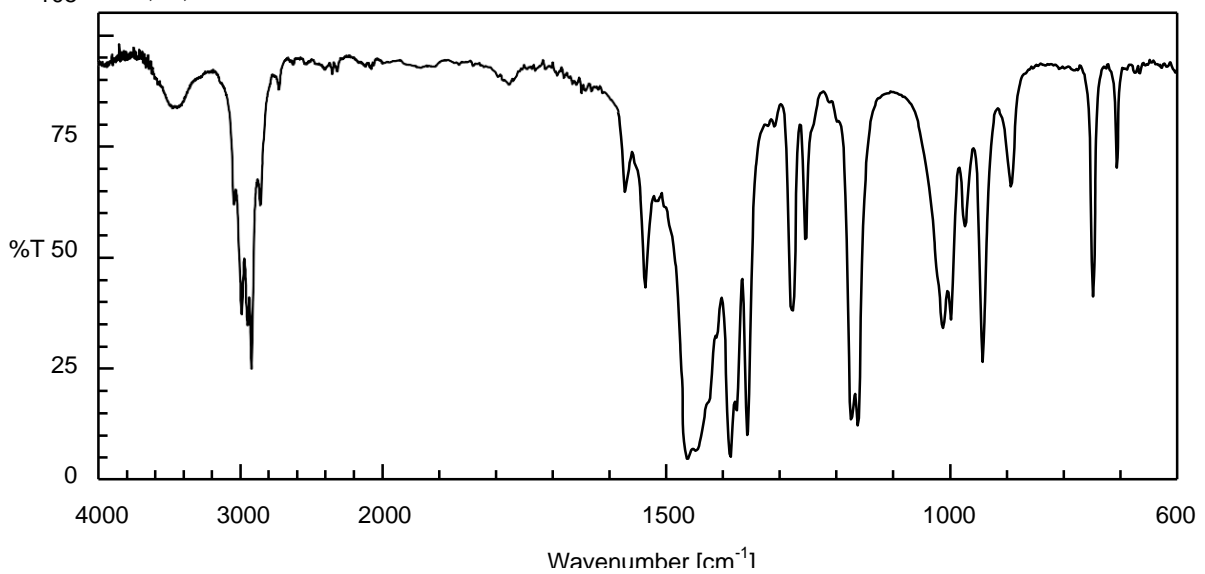
105 2,3,5,6-テトラメチルピラジン

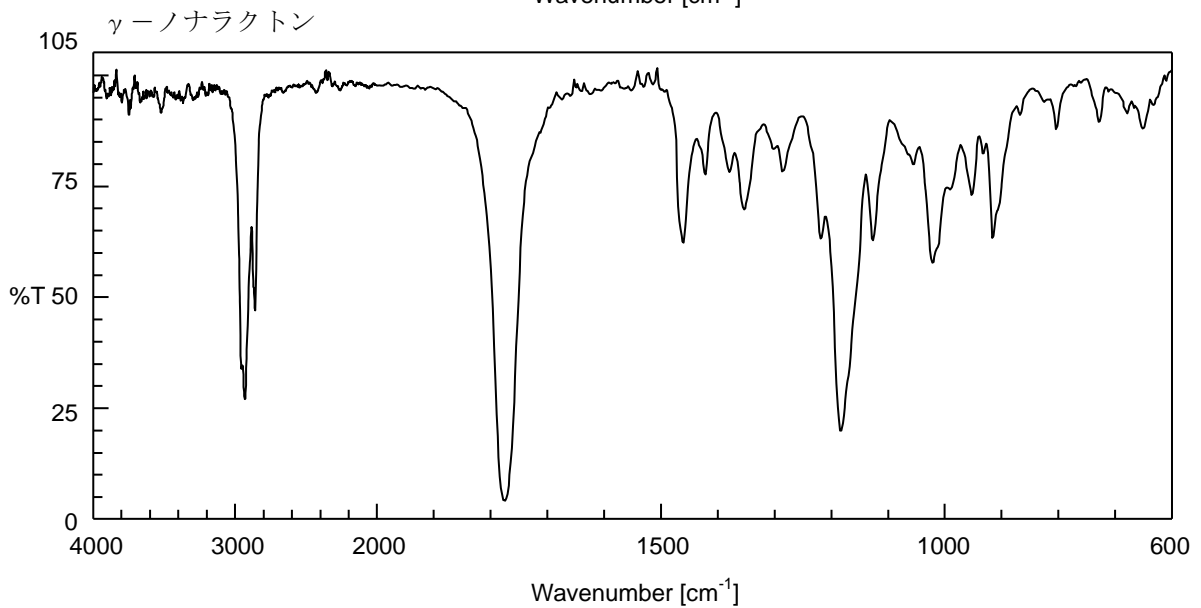
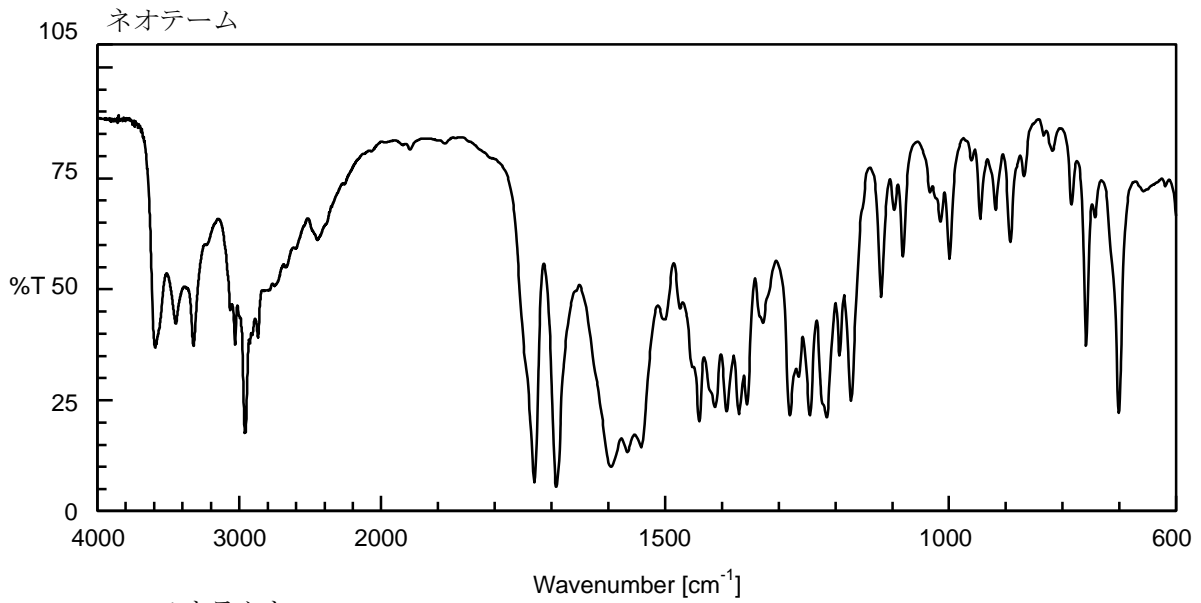
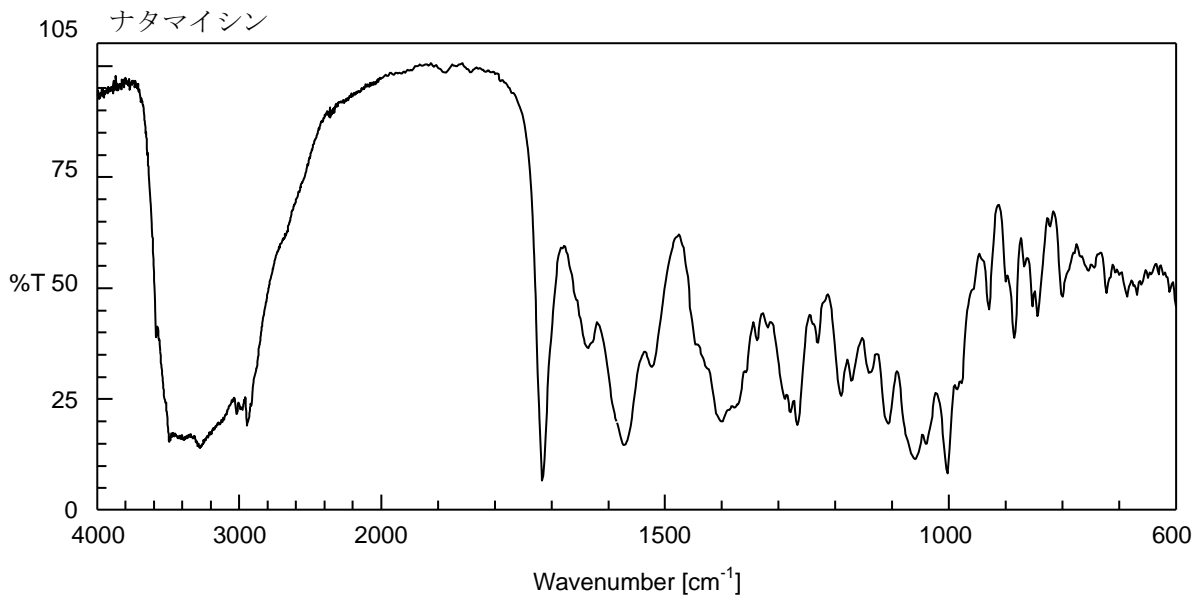


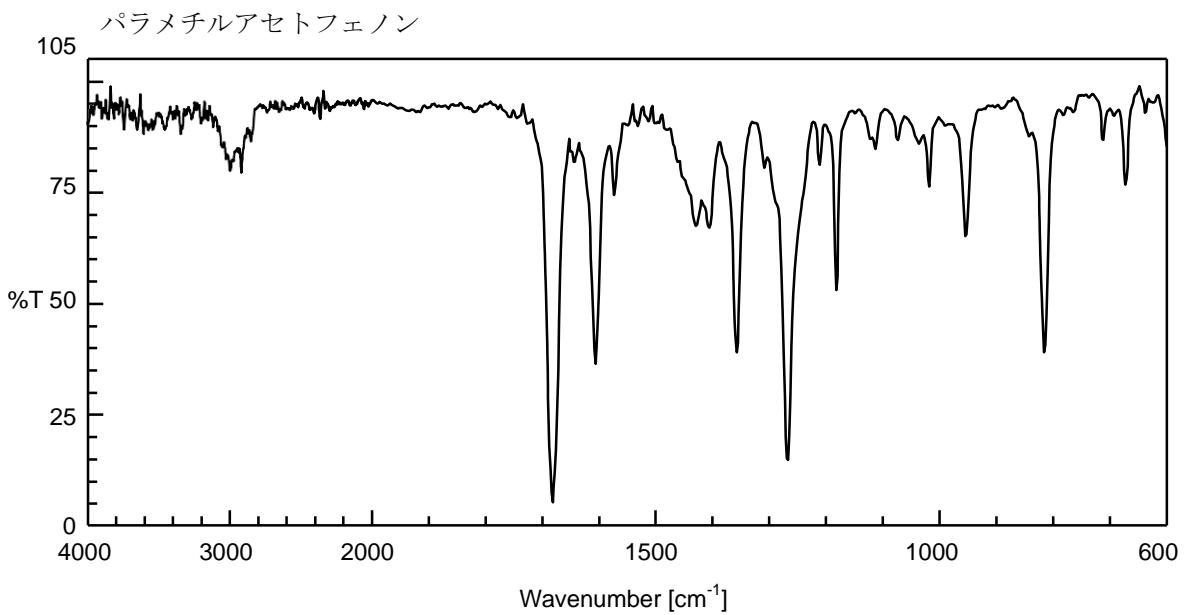
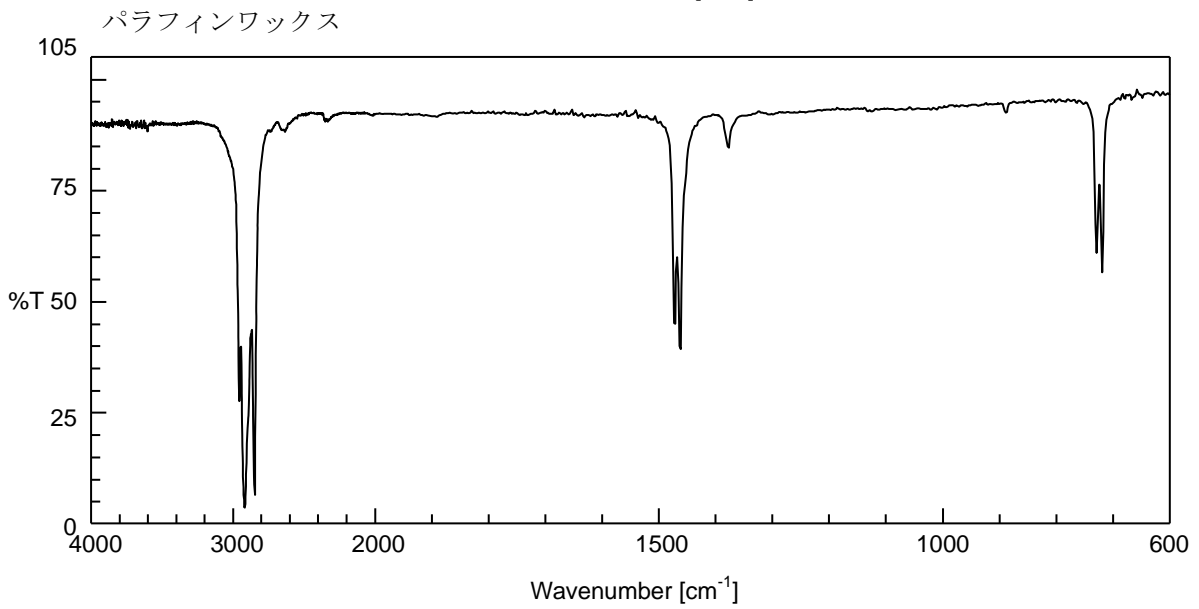
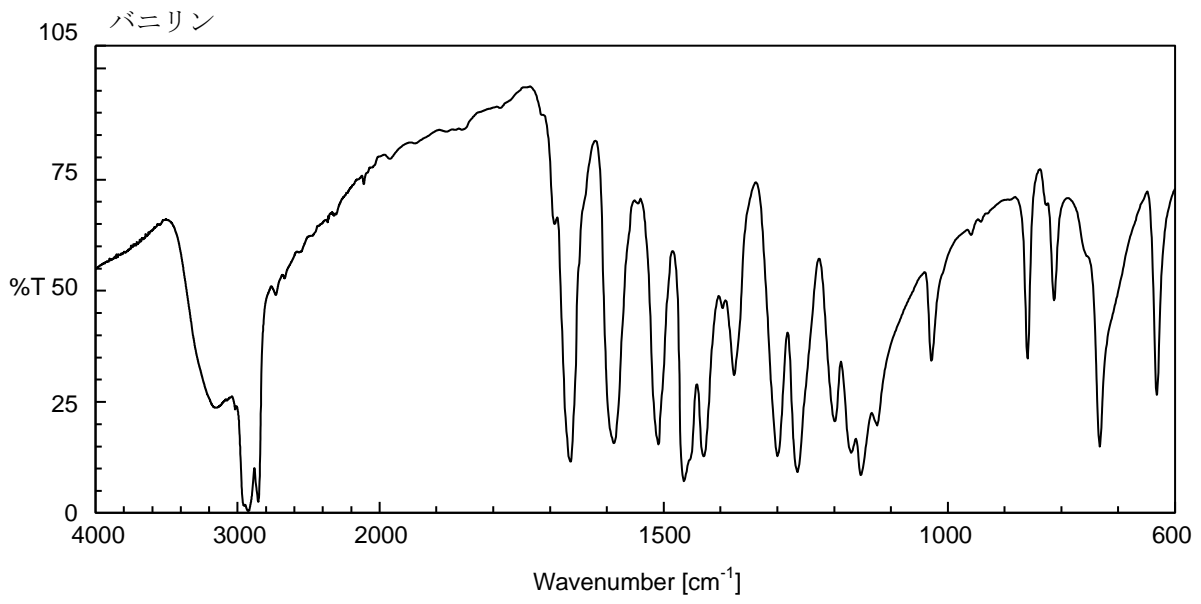
トコフェロール酢酸エステル

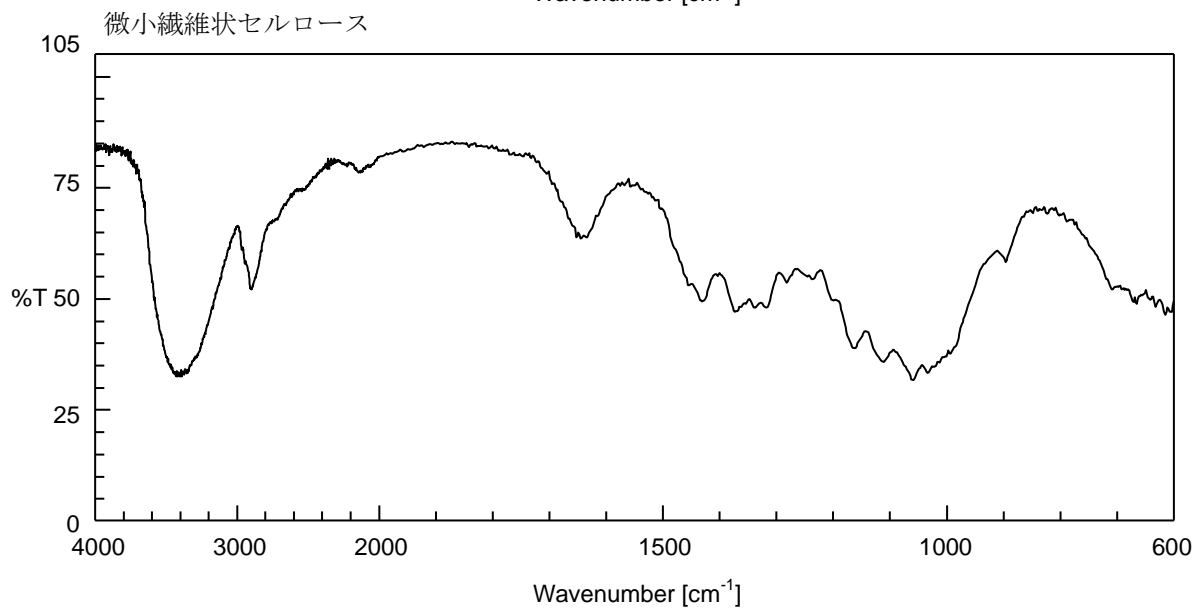
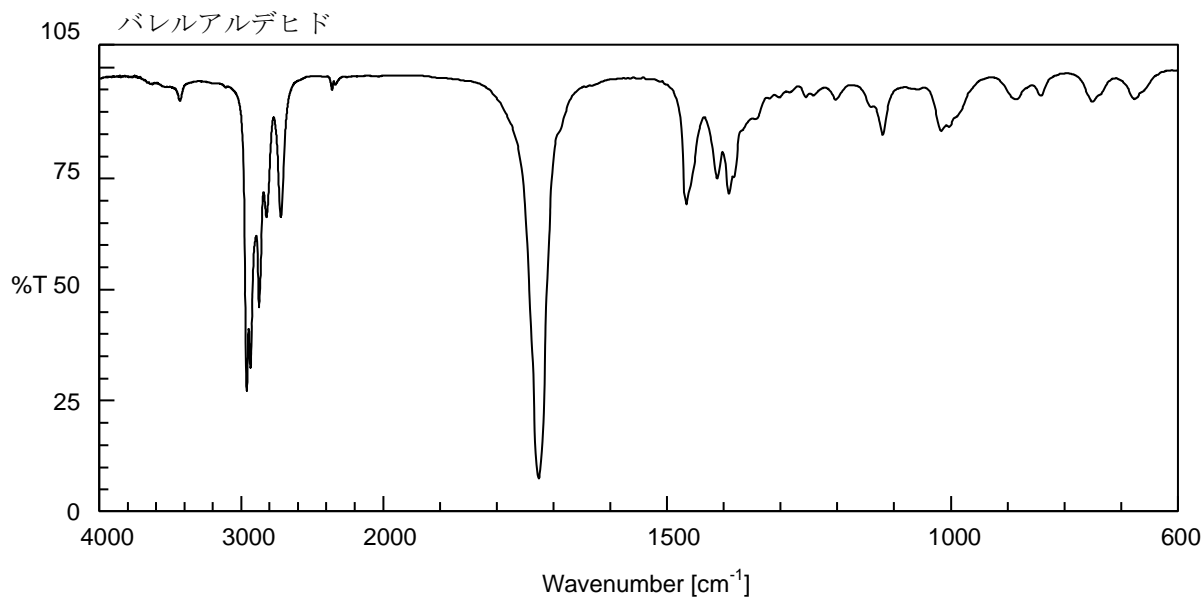


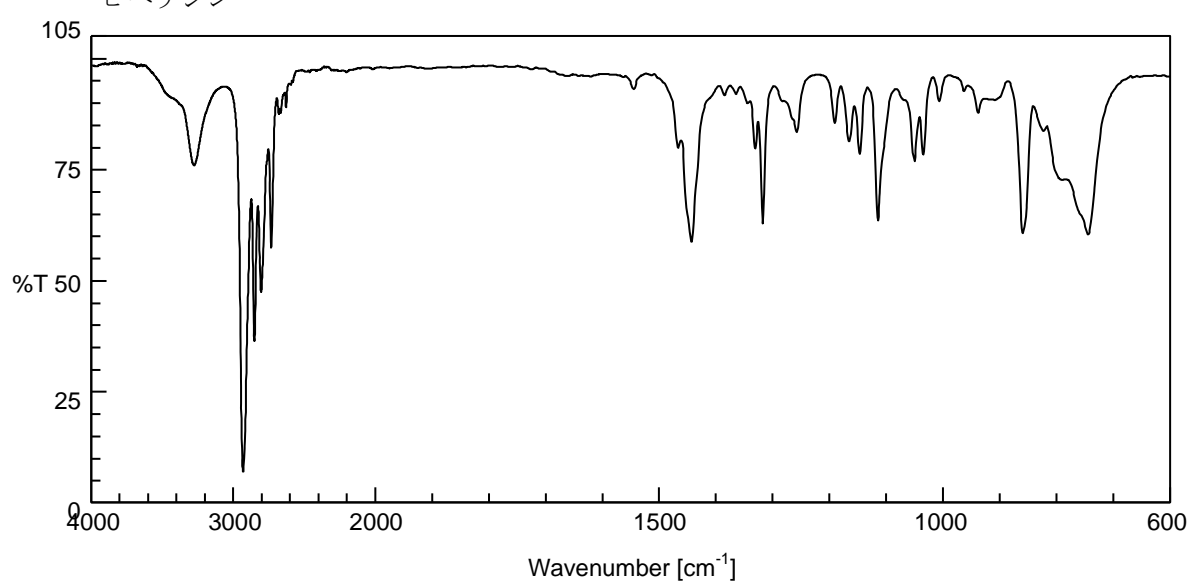
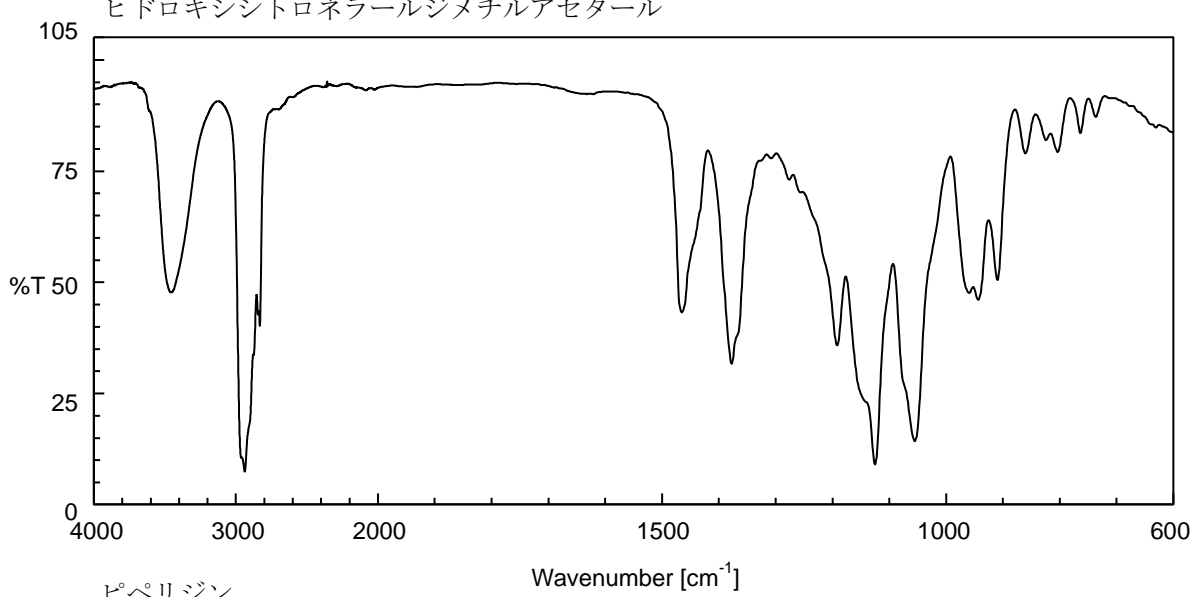
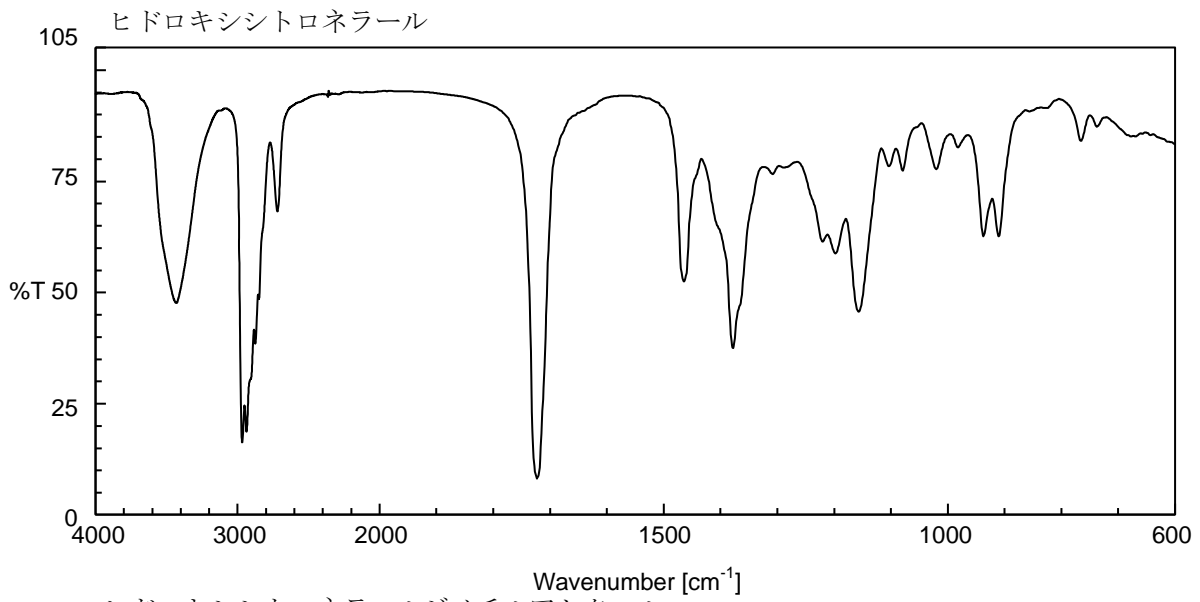
105 2,3,5-トリメチルピラジン

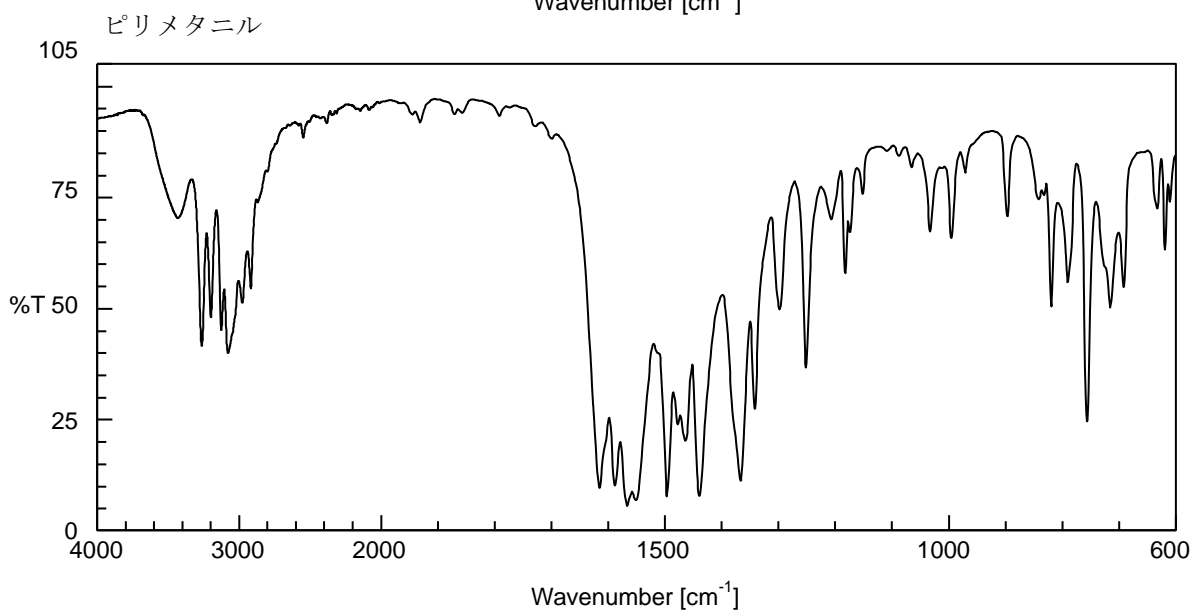
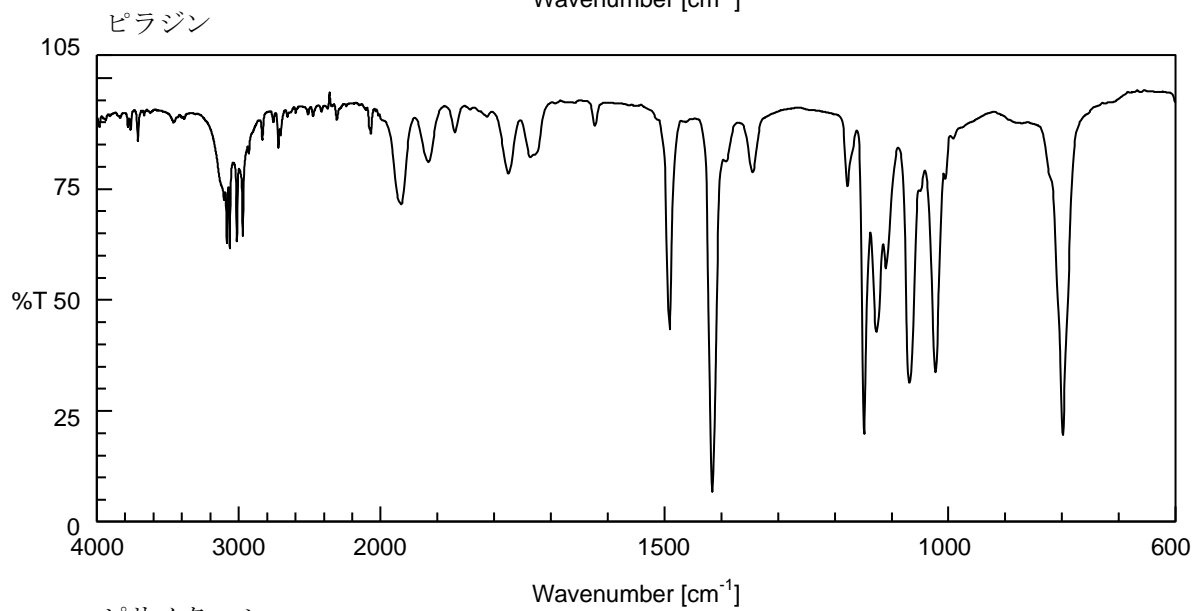
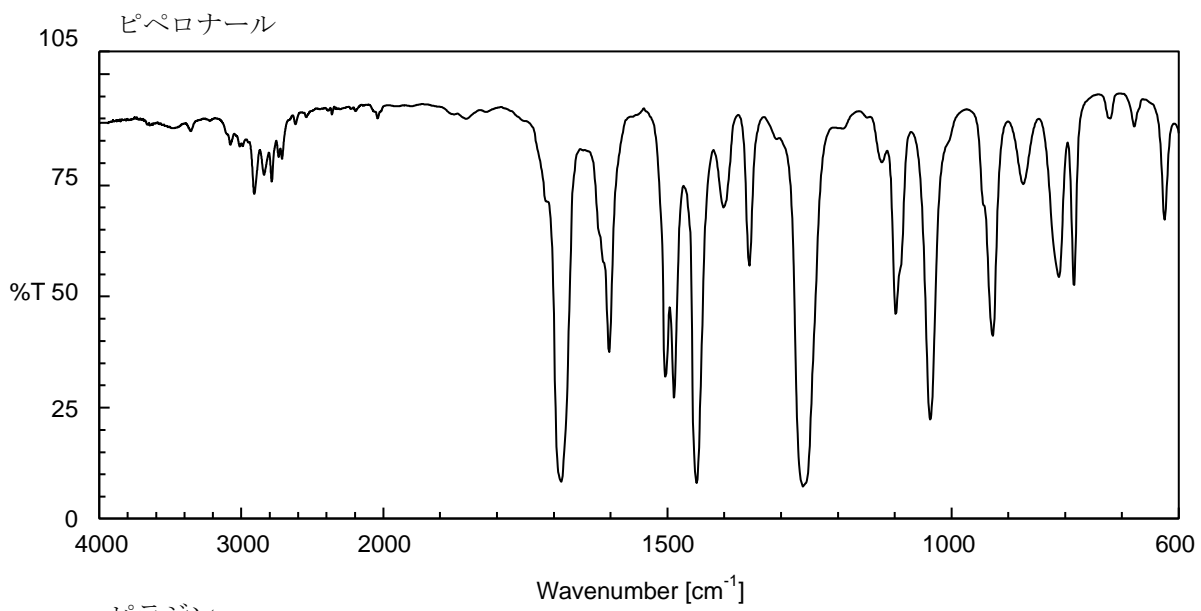


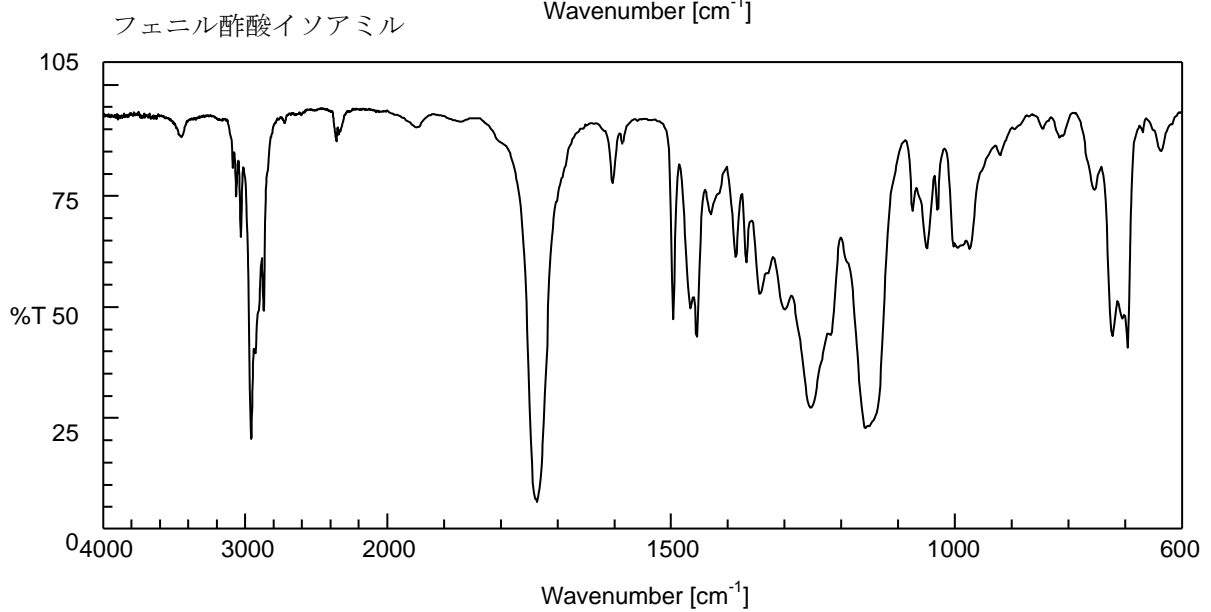
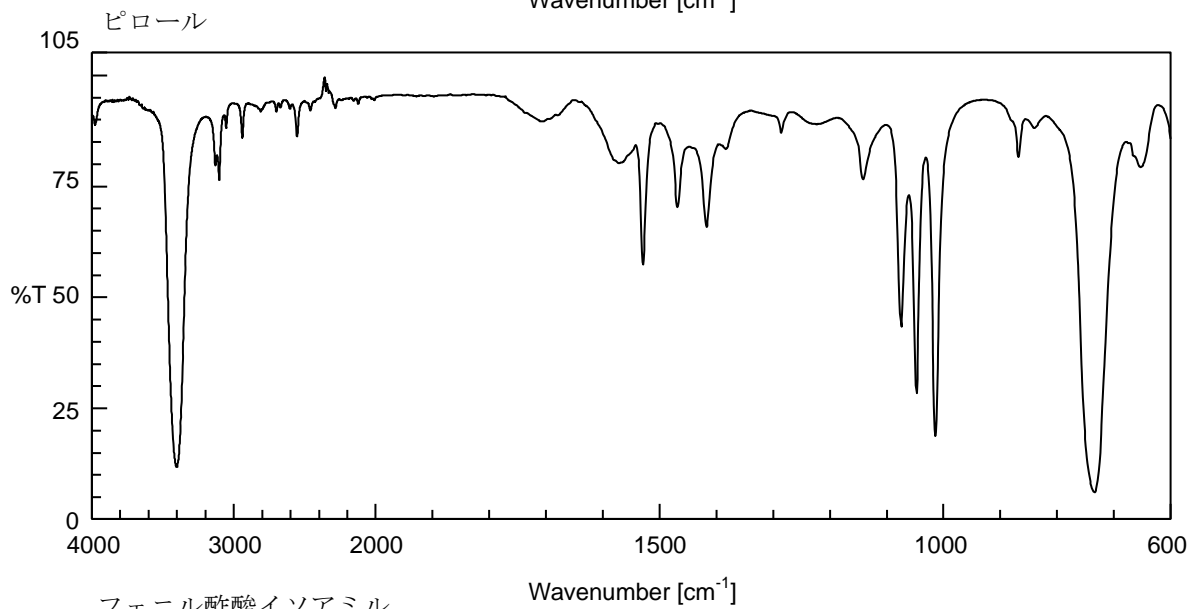
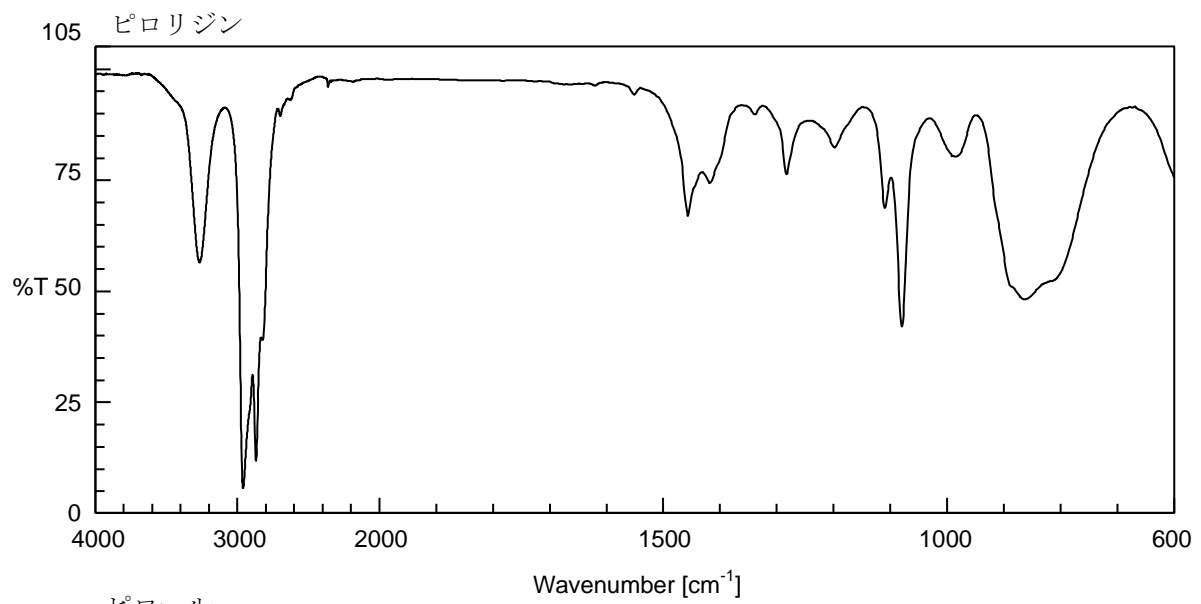


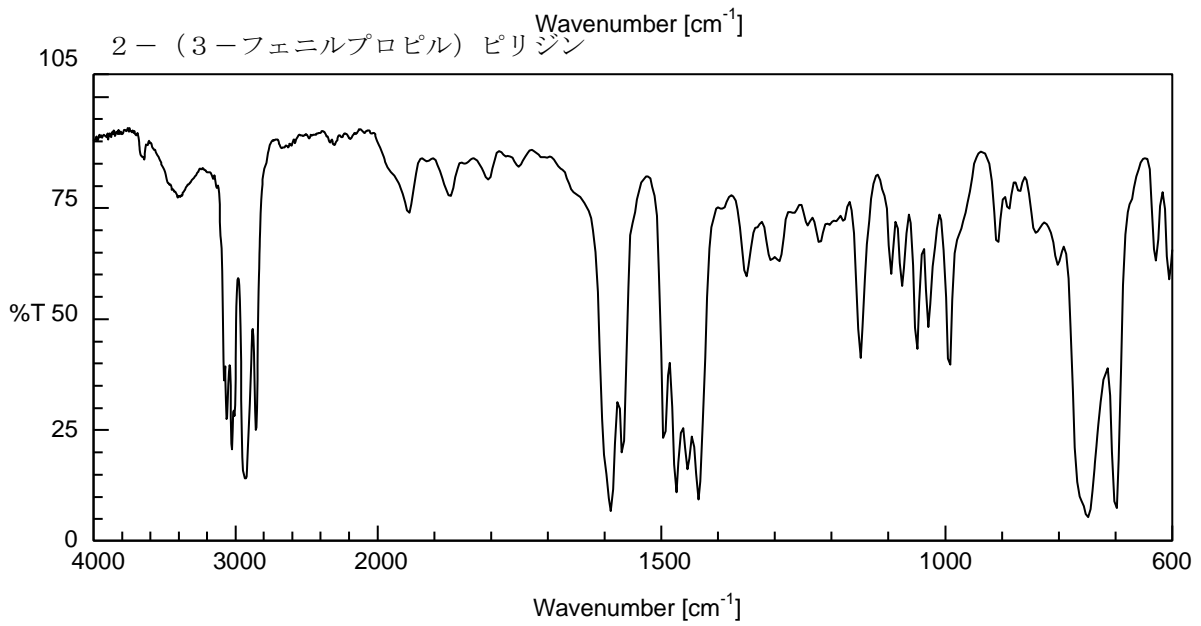
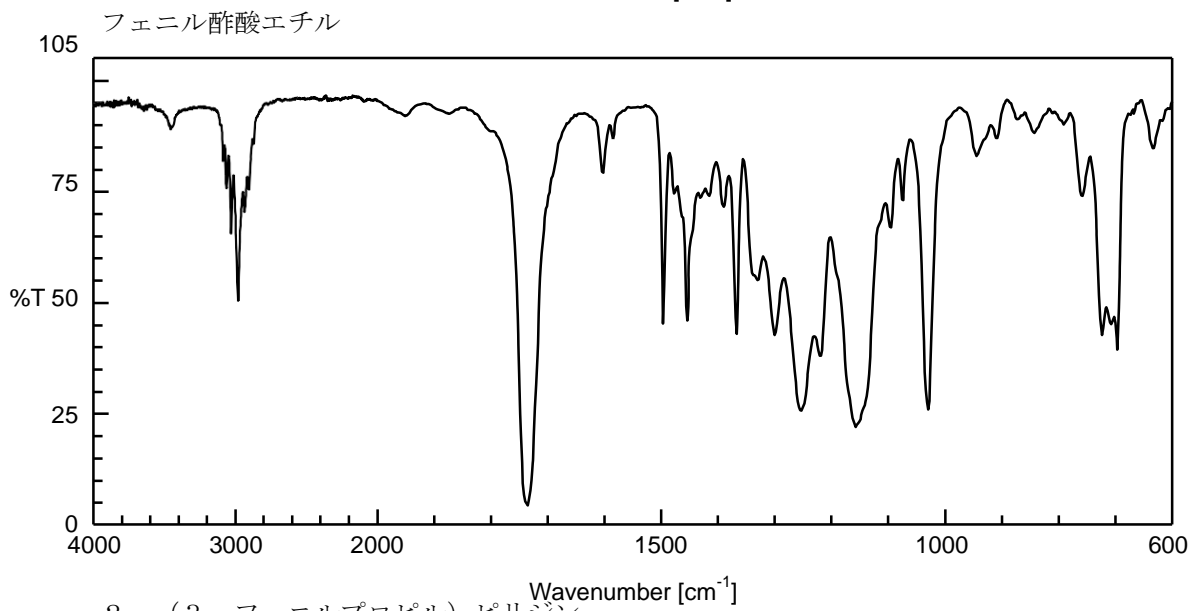
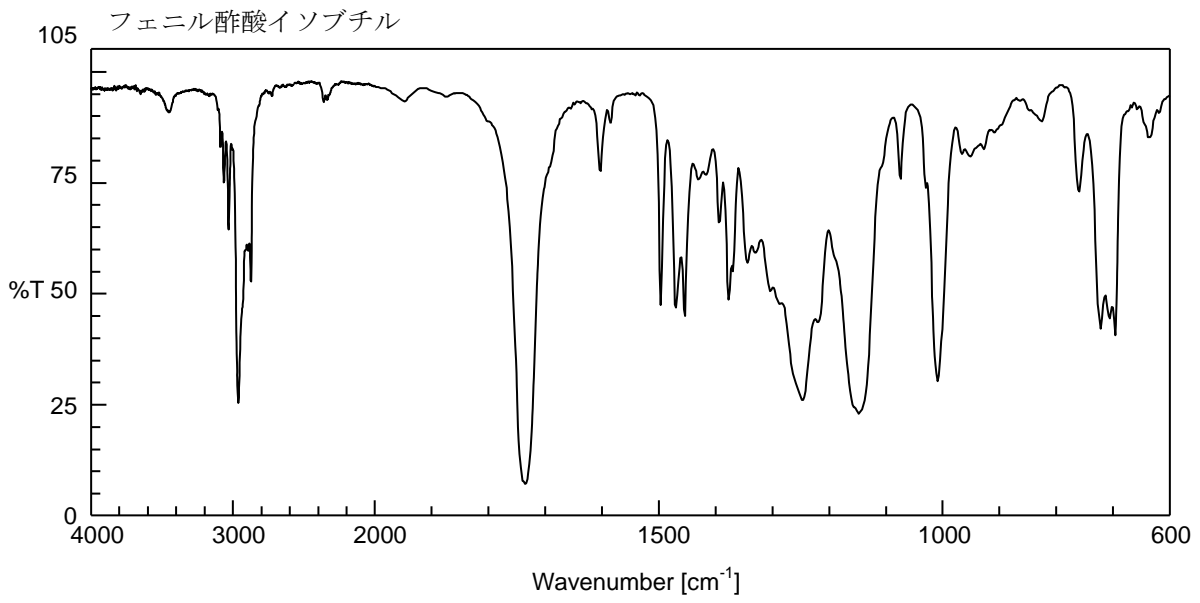




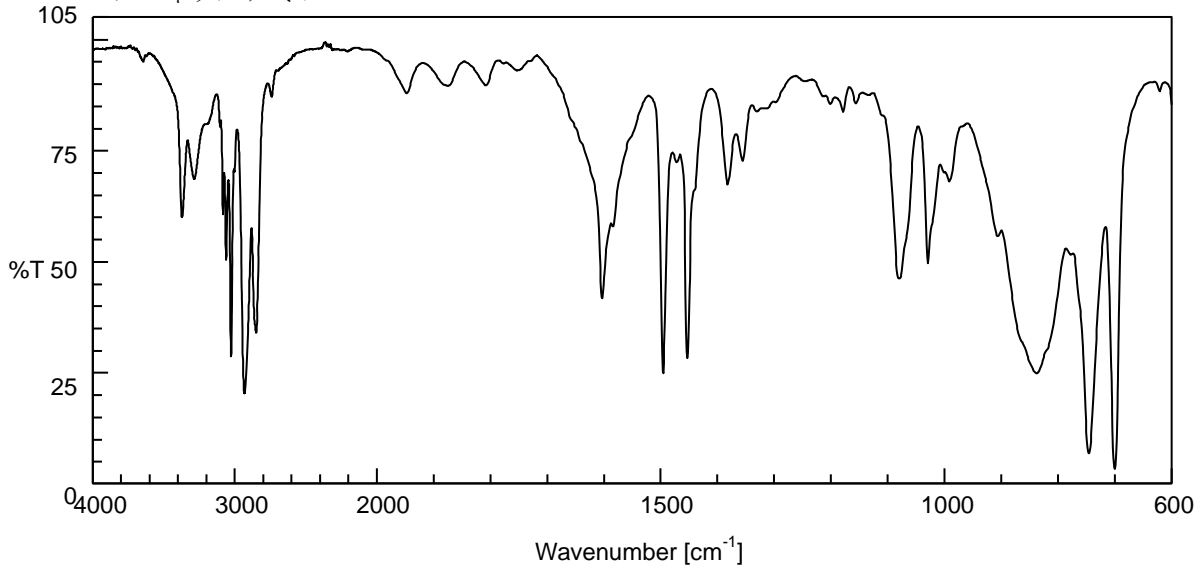




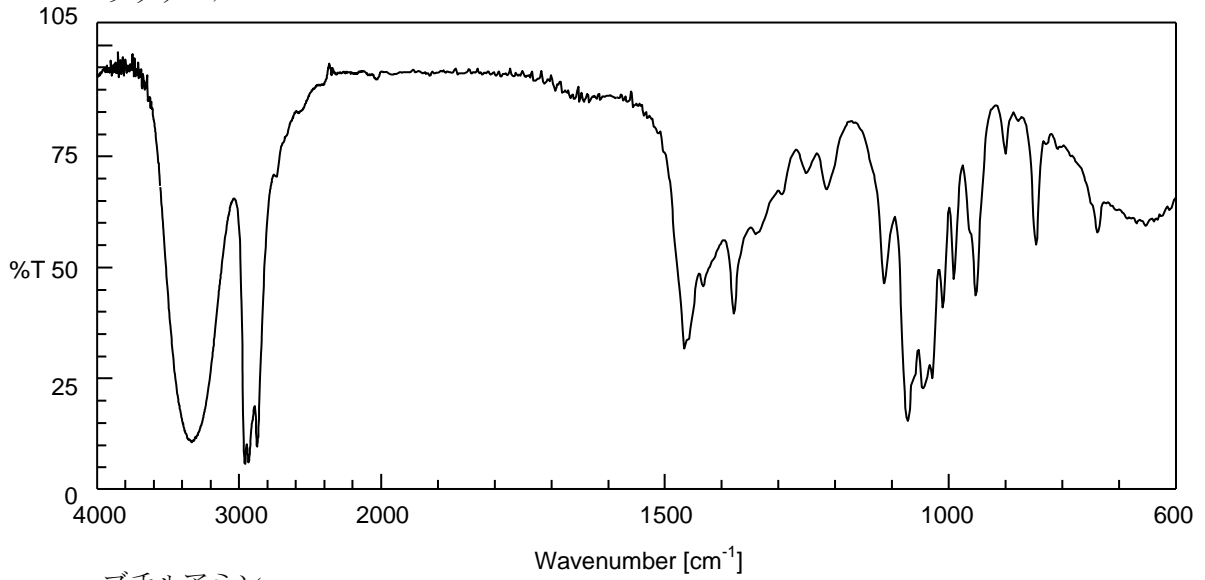




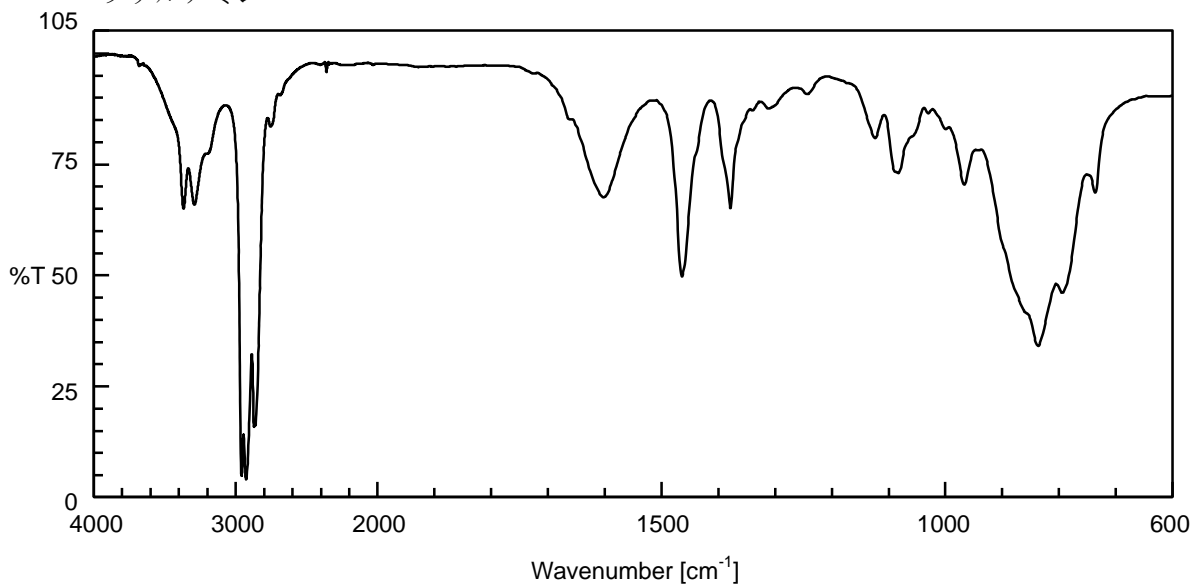
フェネチルアミン



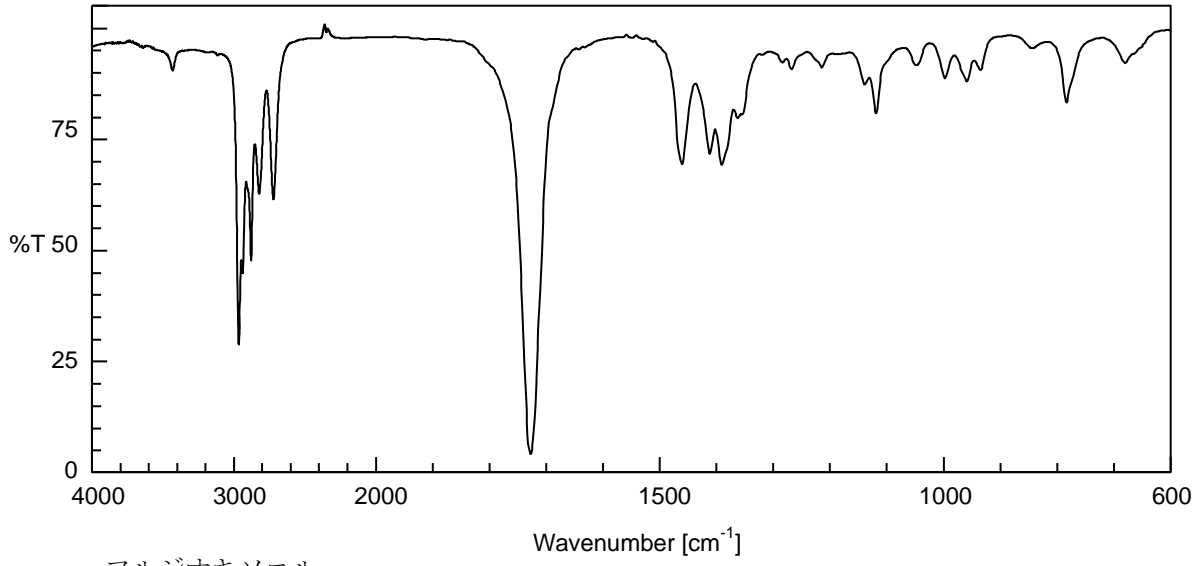
ブタノール



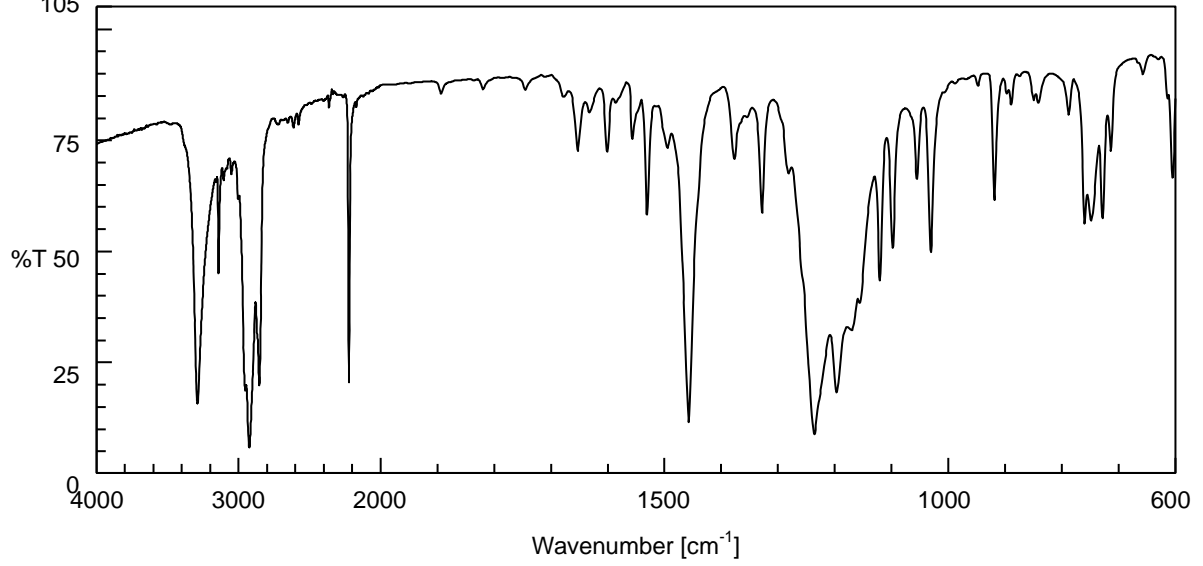
ブチルアミン



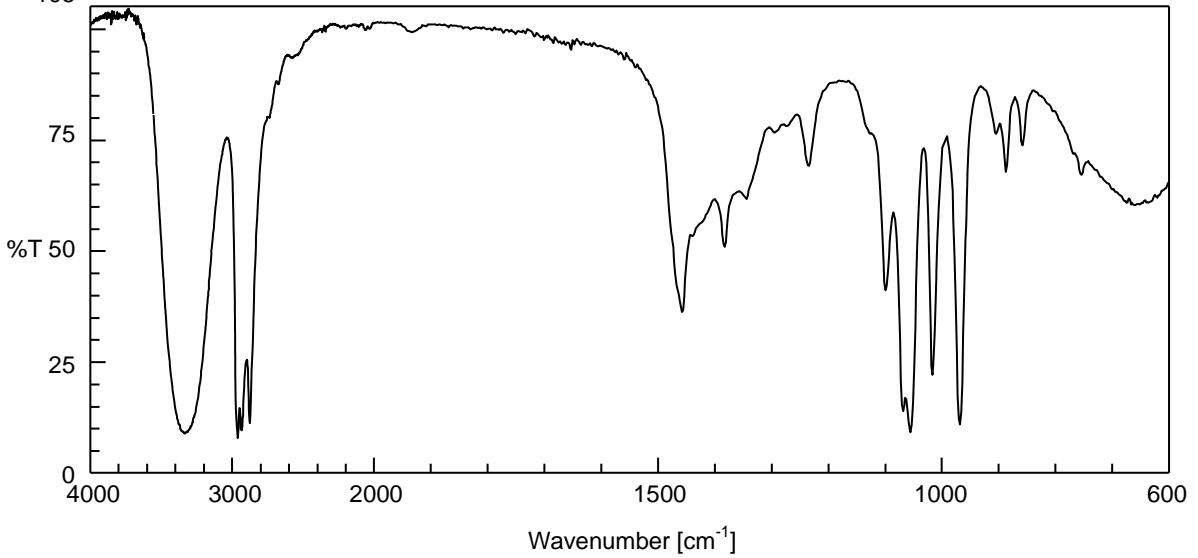
105 ブチルアルデヒド

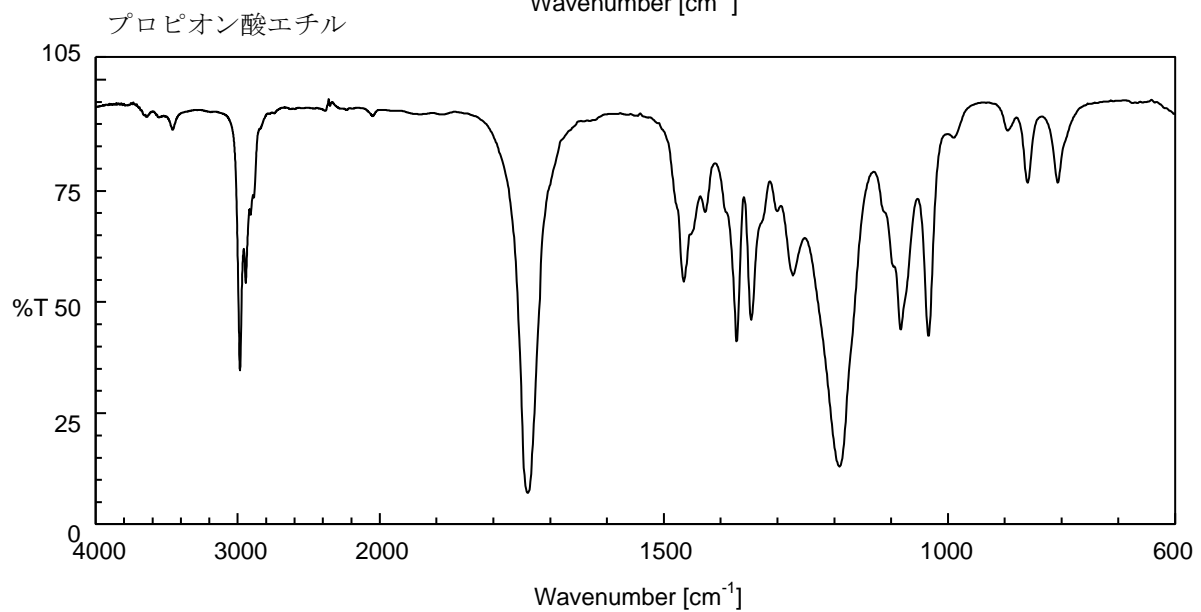
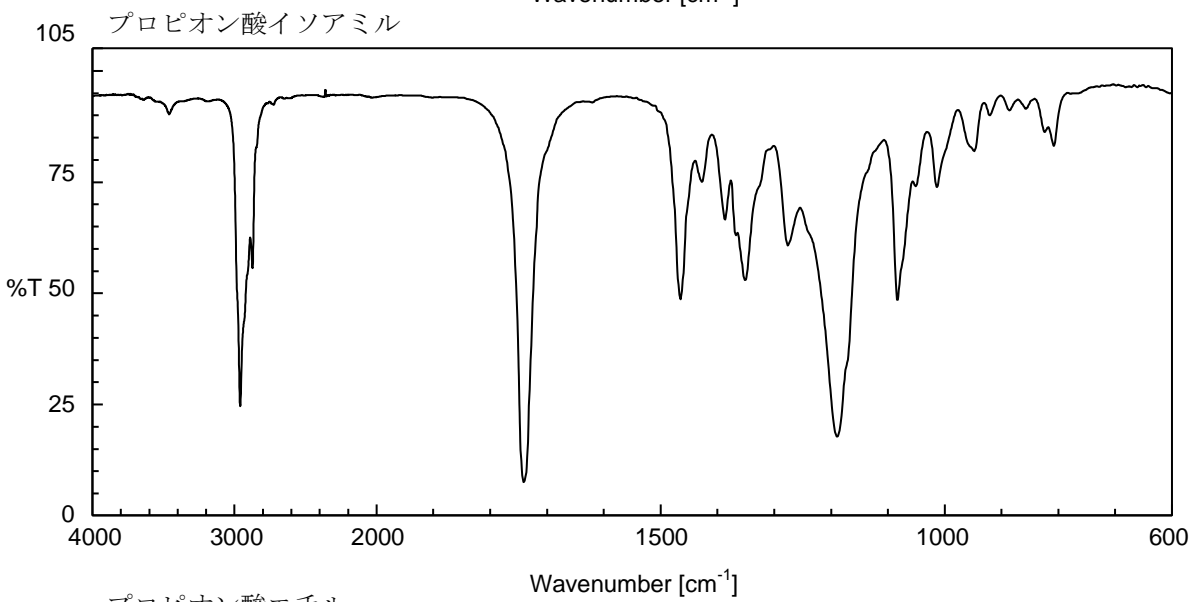
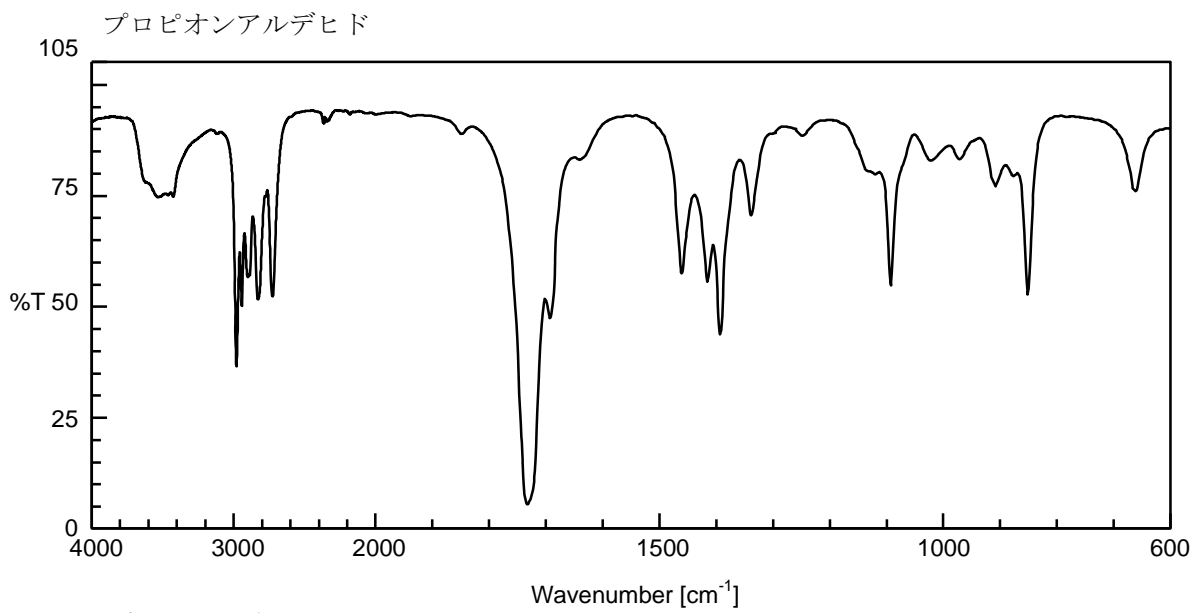


105 フルジオキシソニル

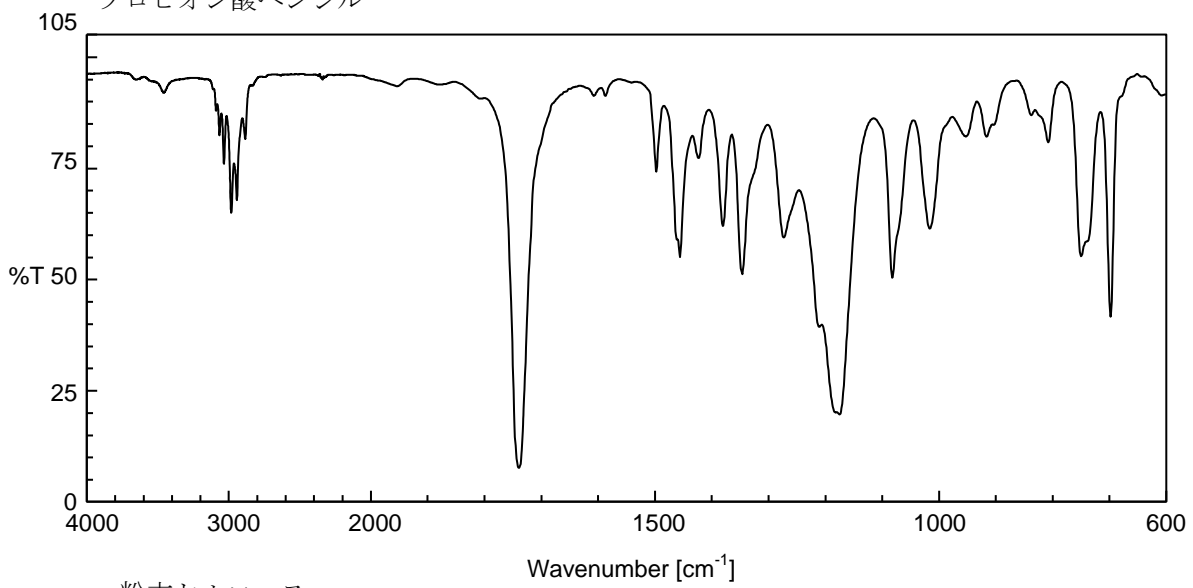


105 プロパノール

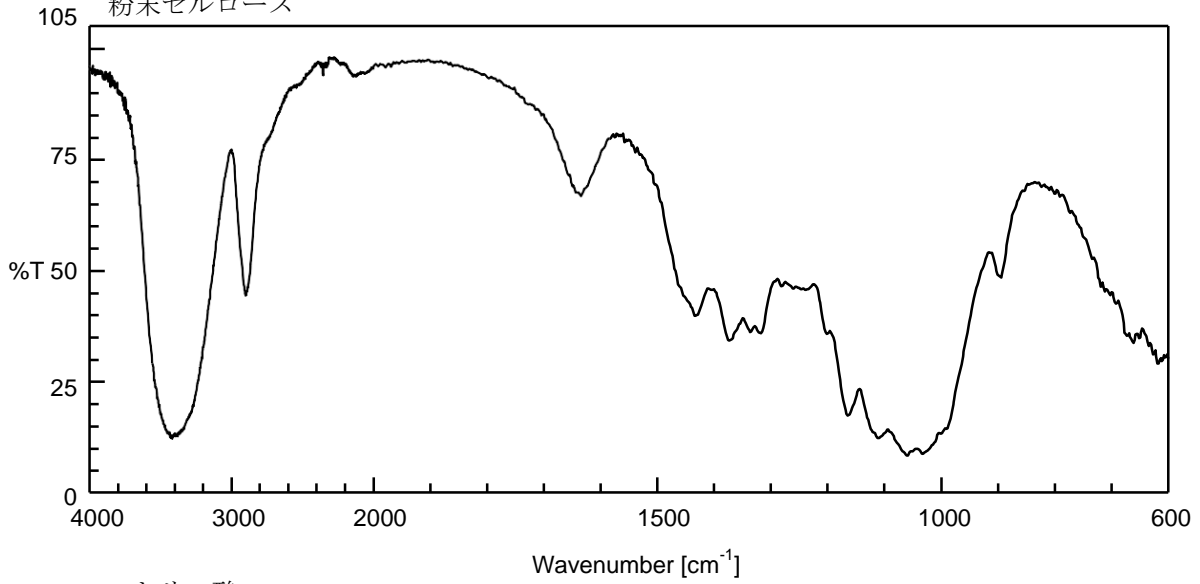




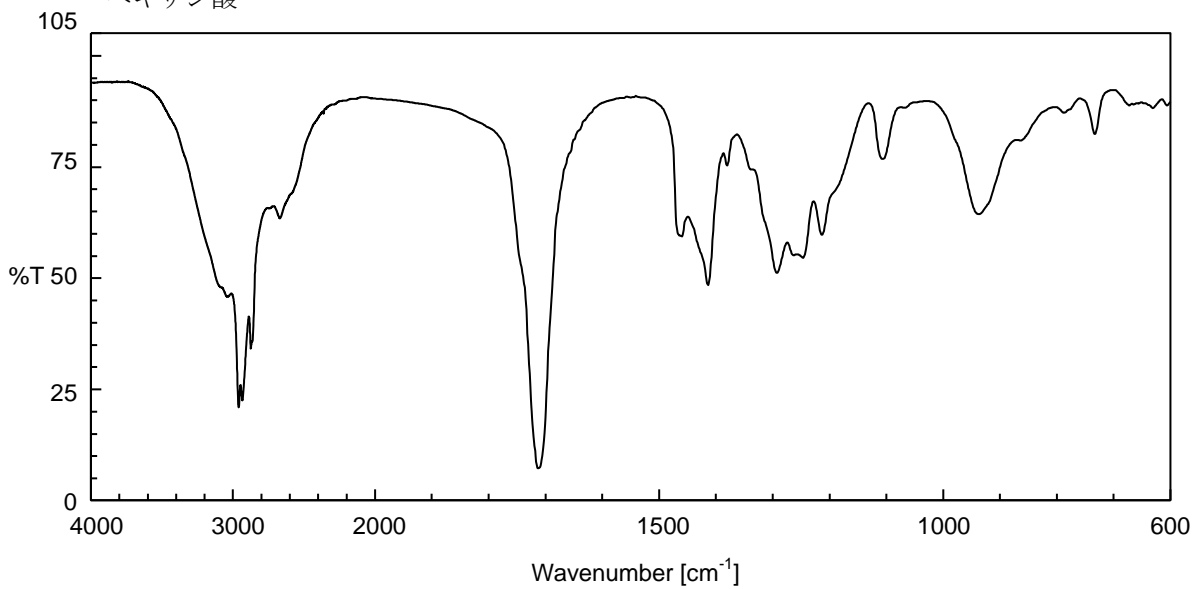
プロピオン酸ベンジル

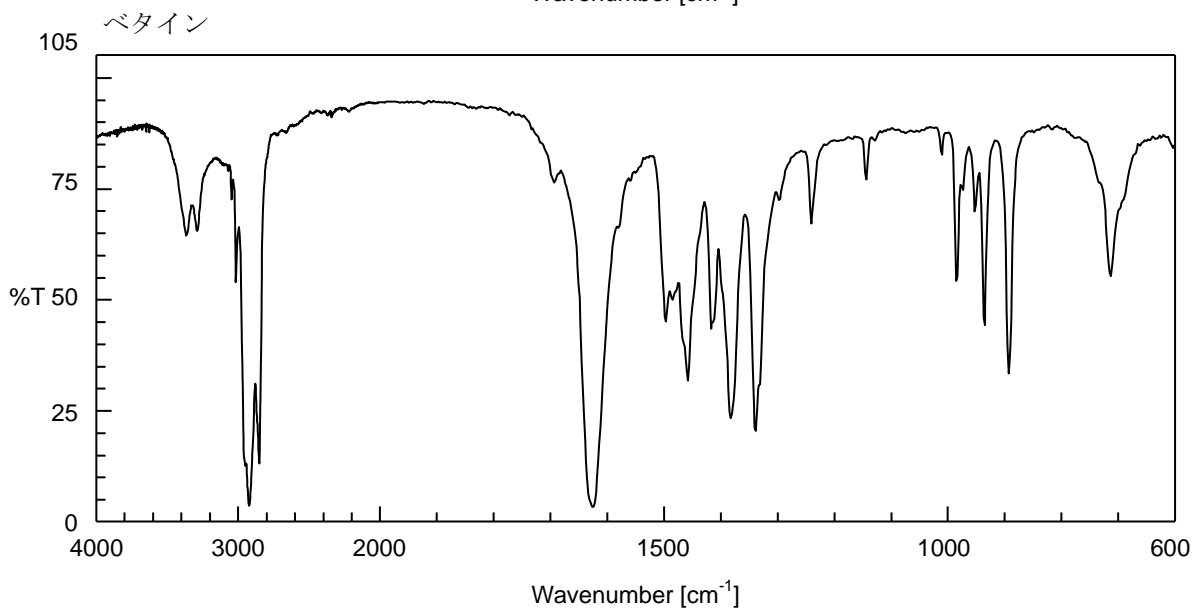
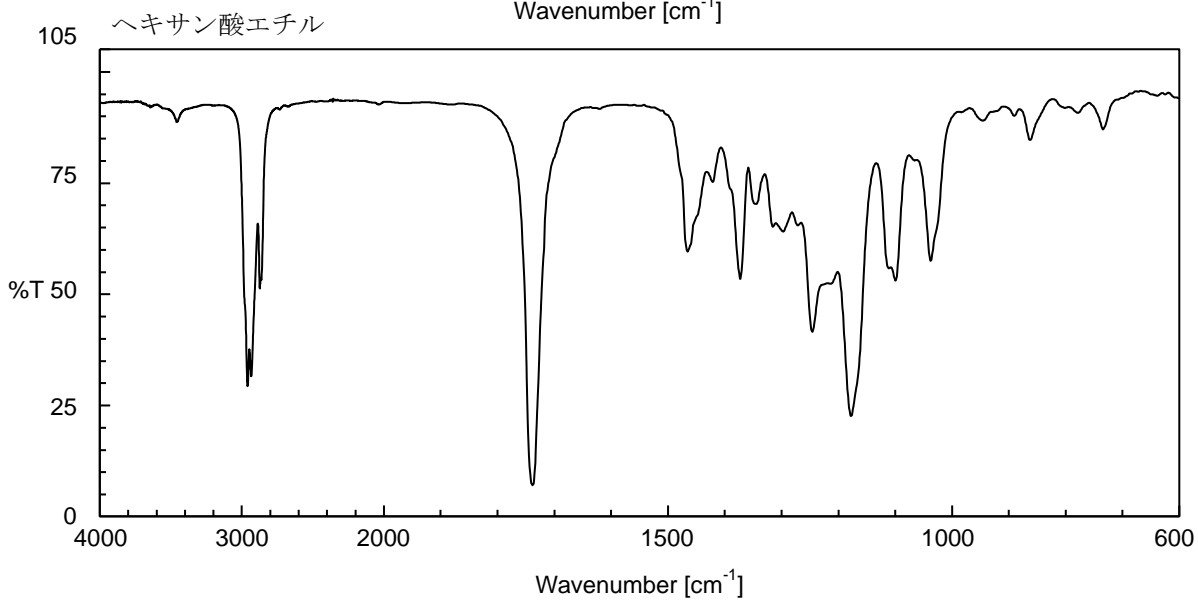
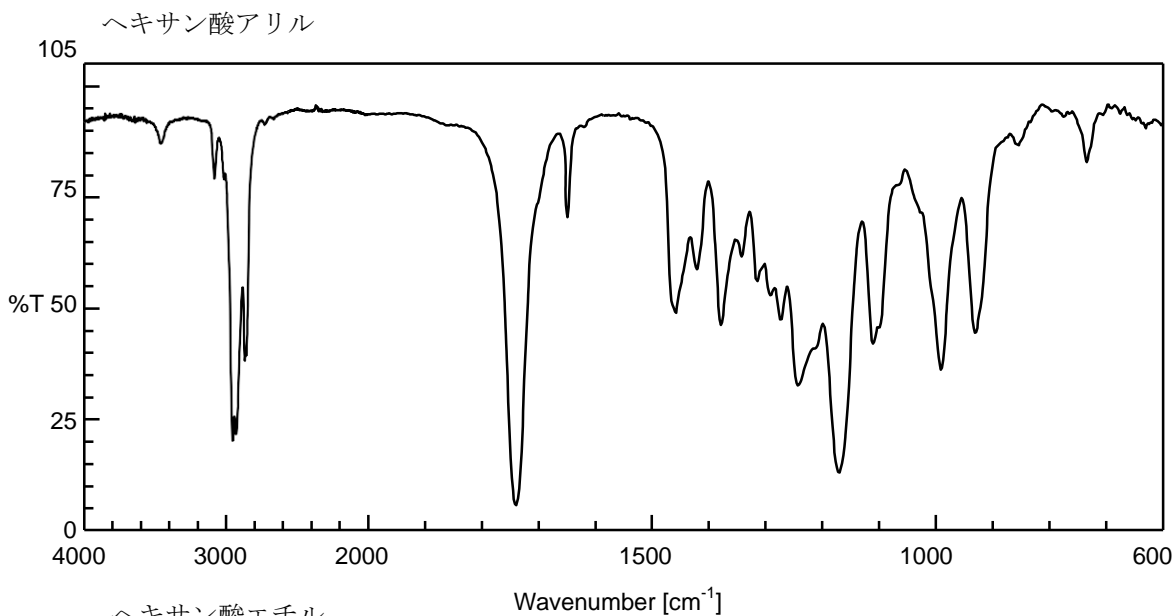


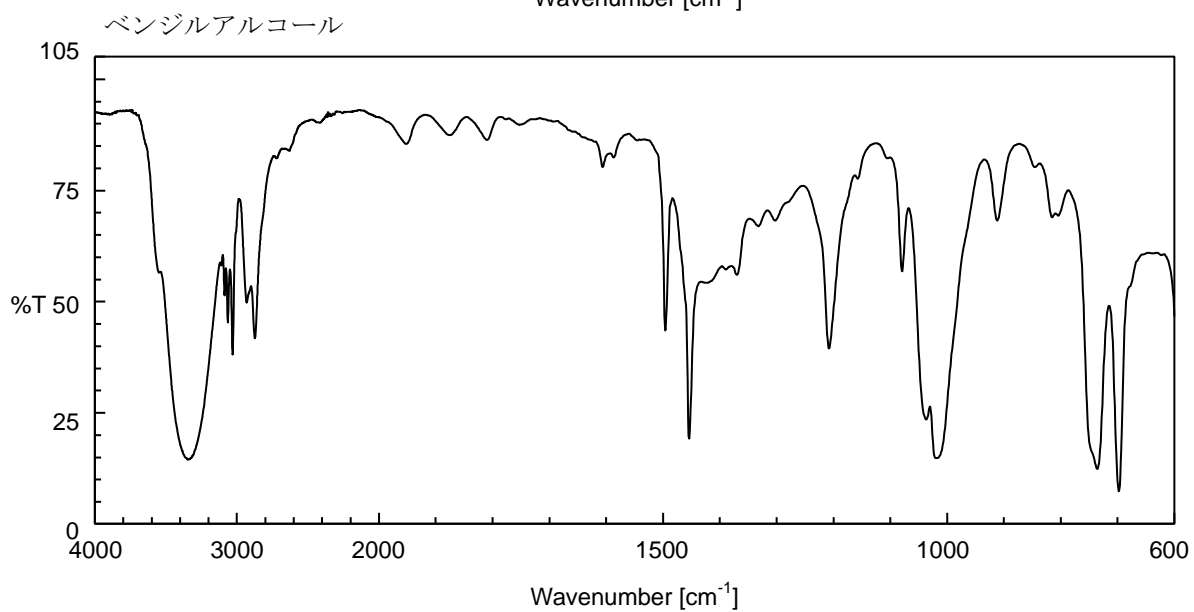
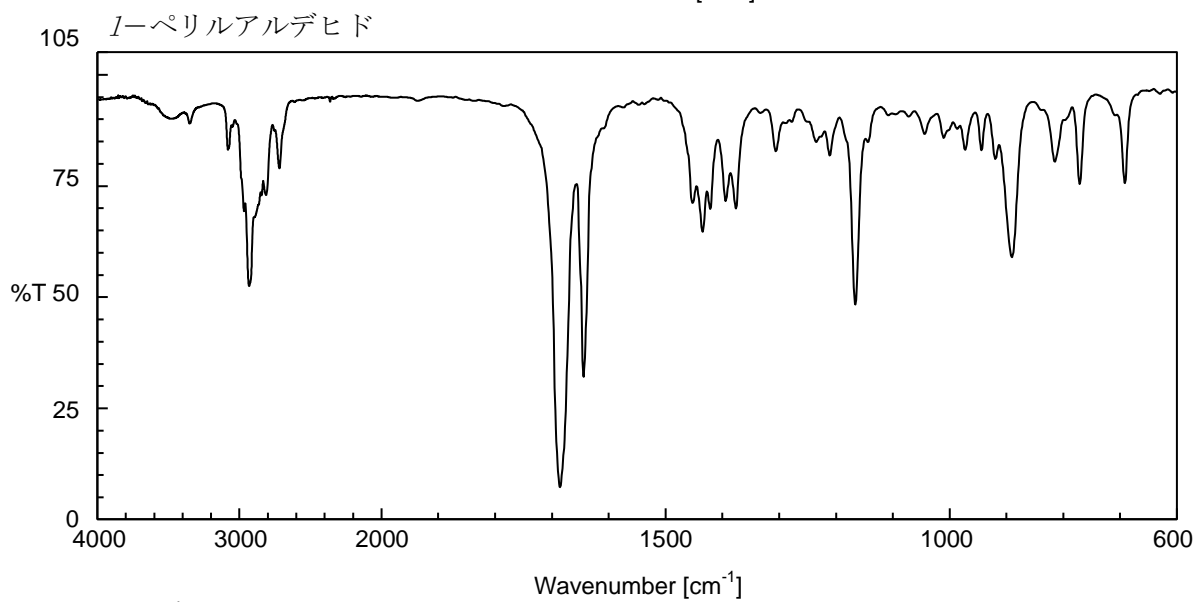
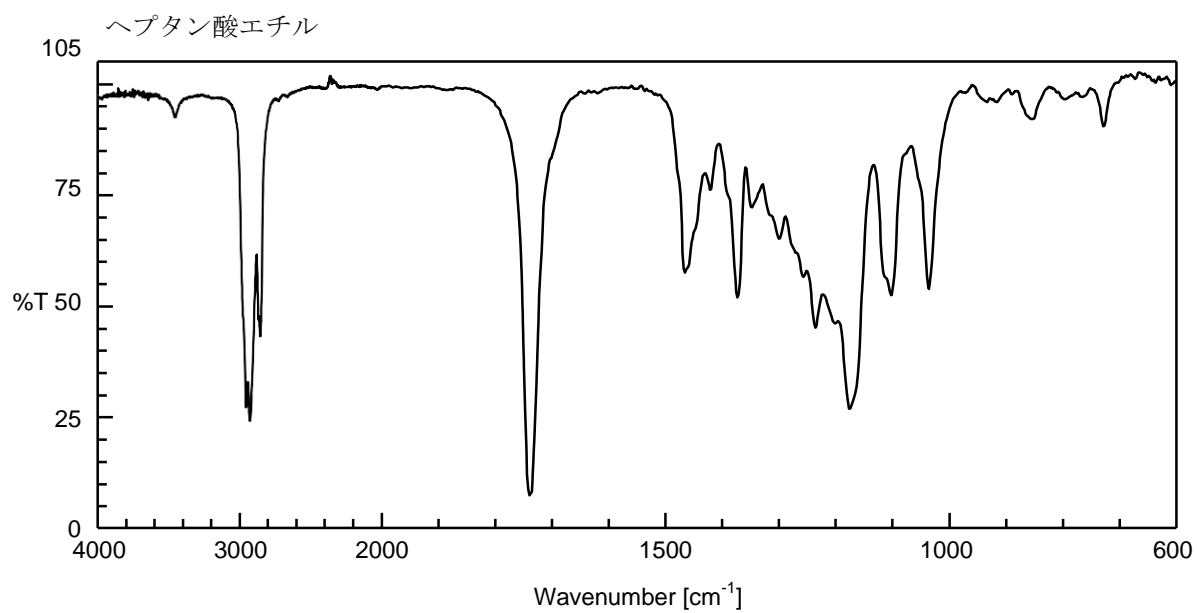
粉末セルロース



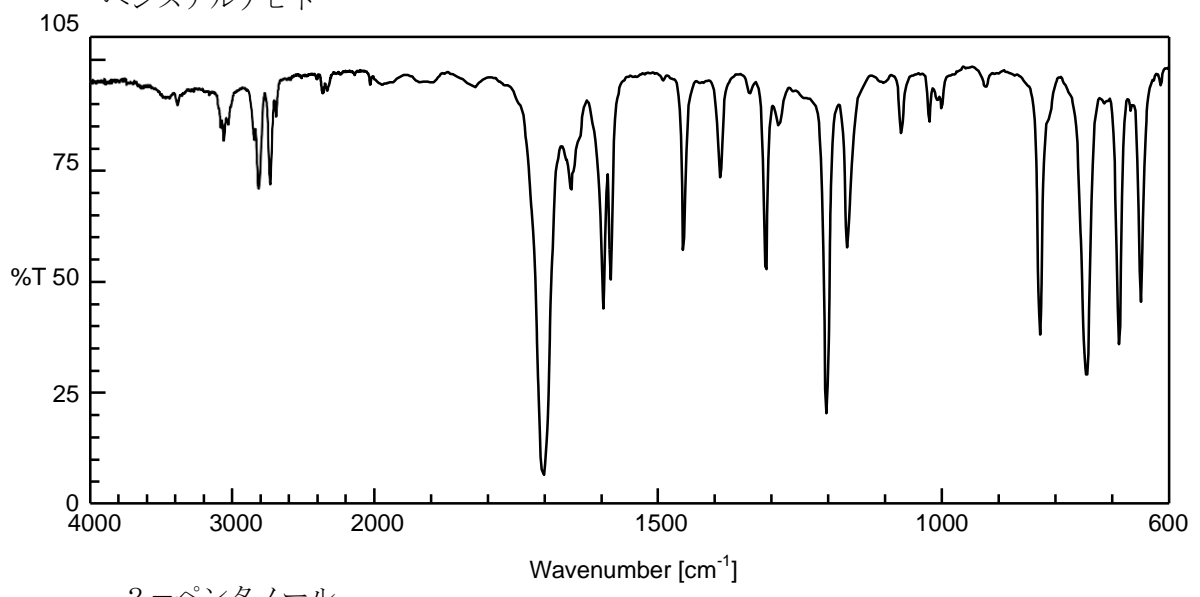
ヘキサン酸



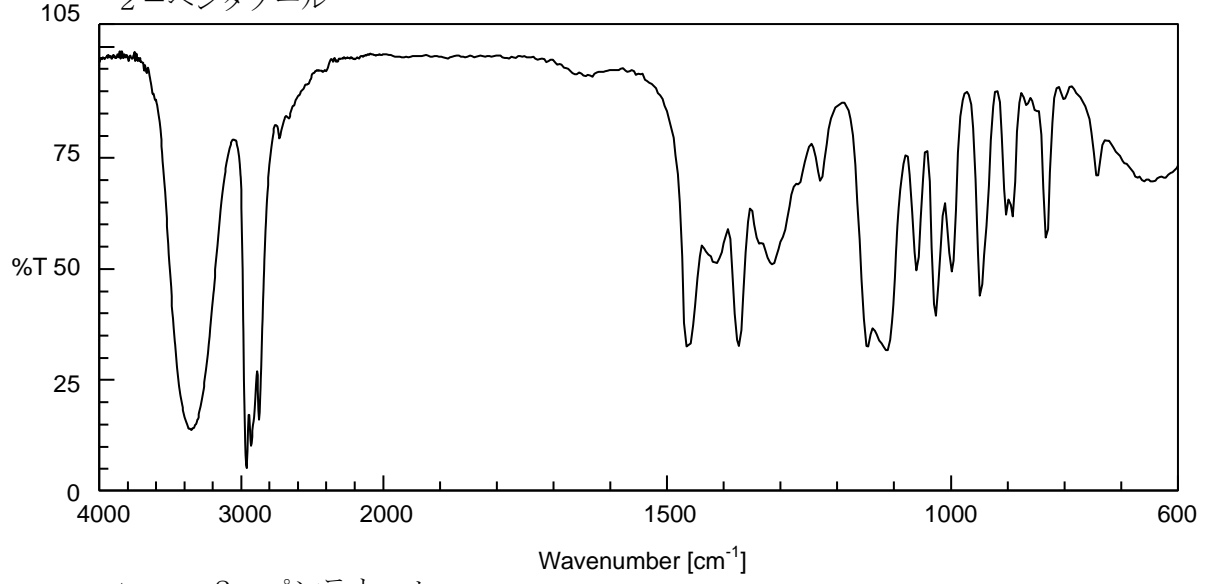




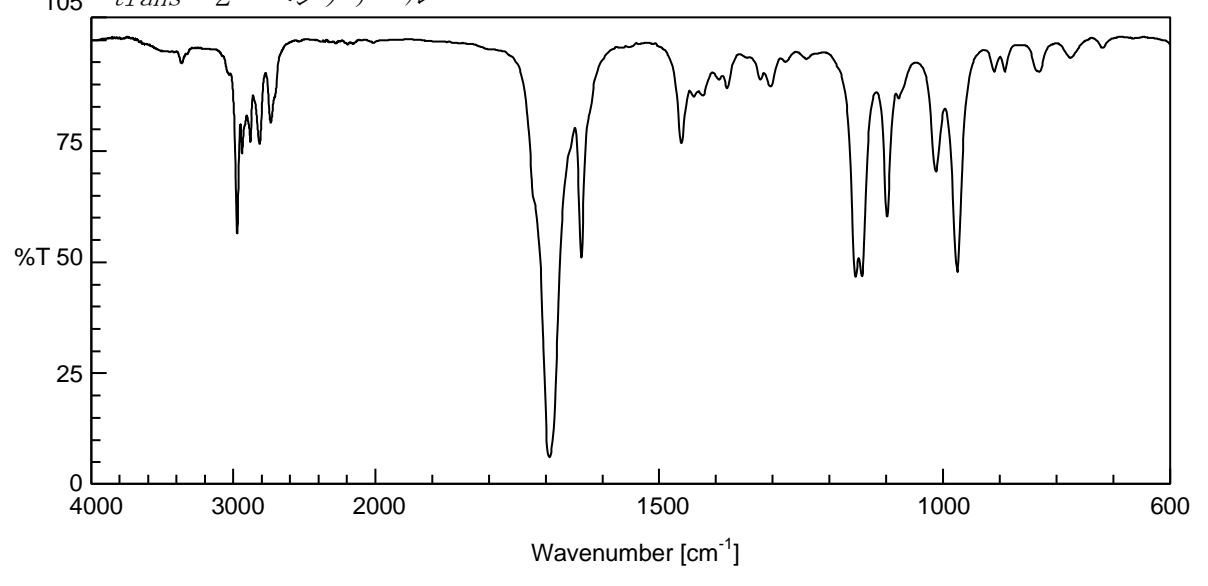
ベンズアルデヒド



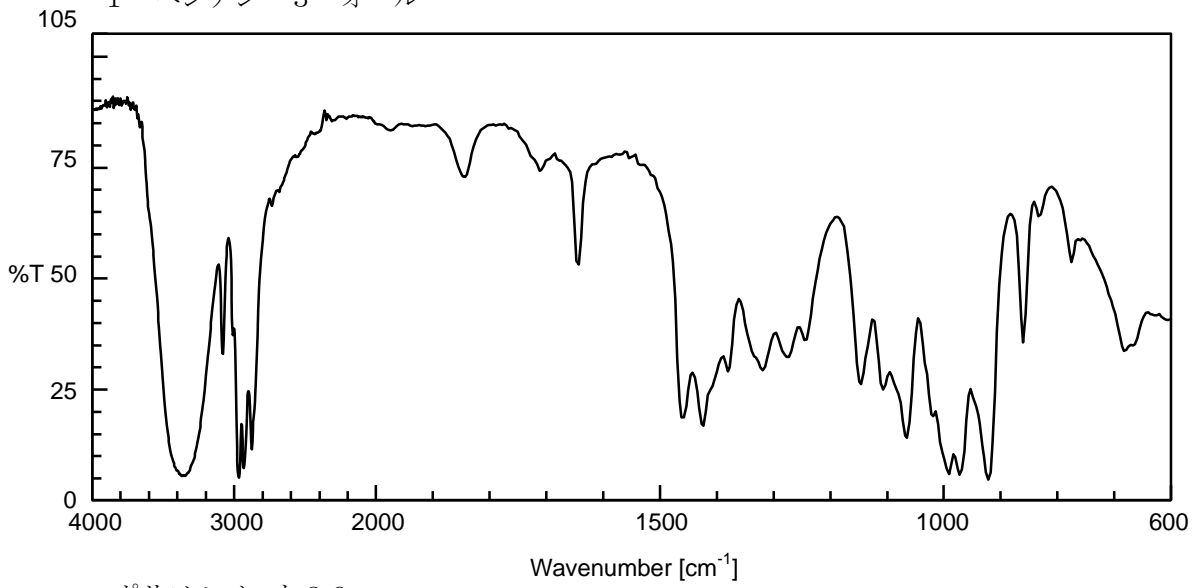
2-ペンタノール



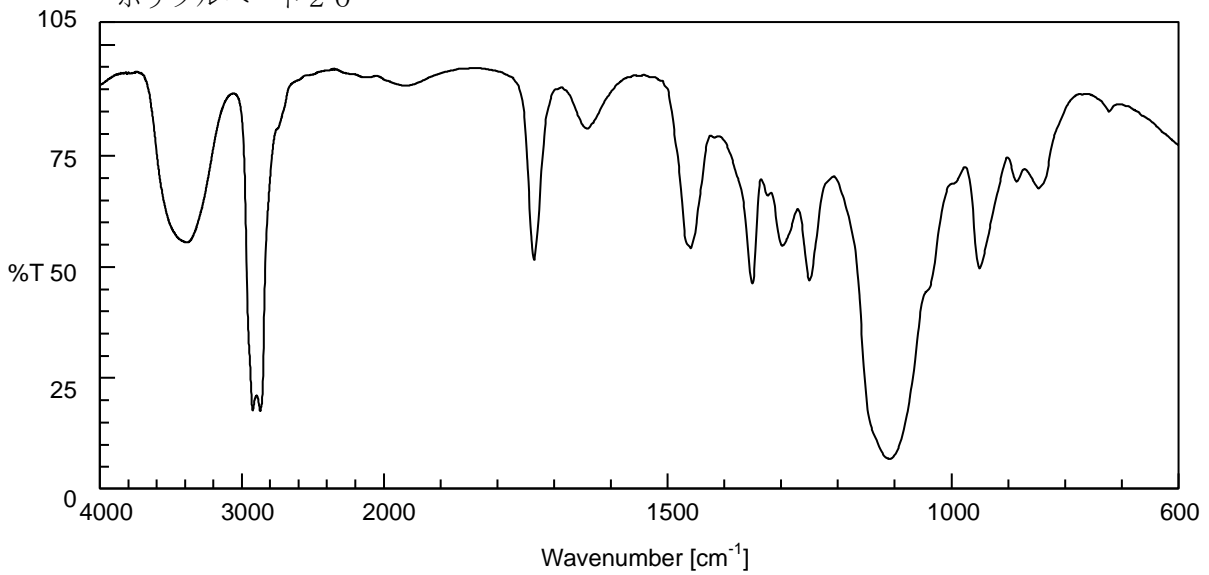
trans-2-ペンテナール



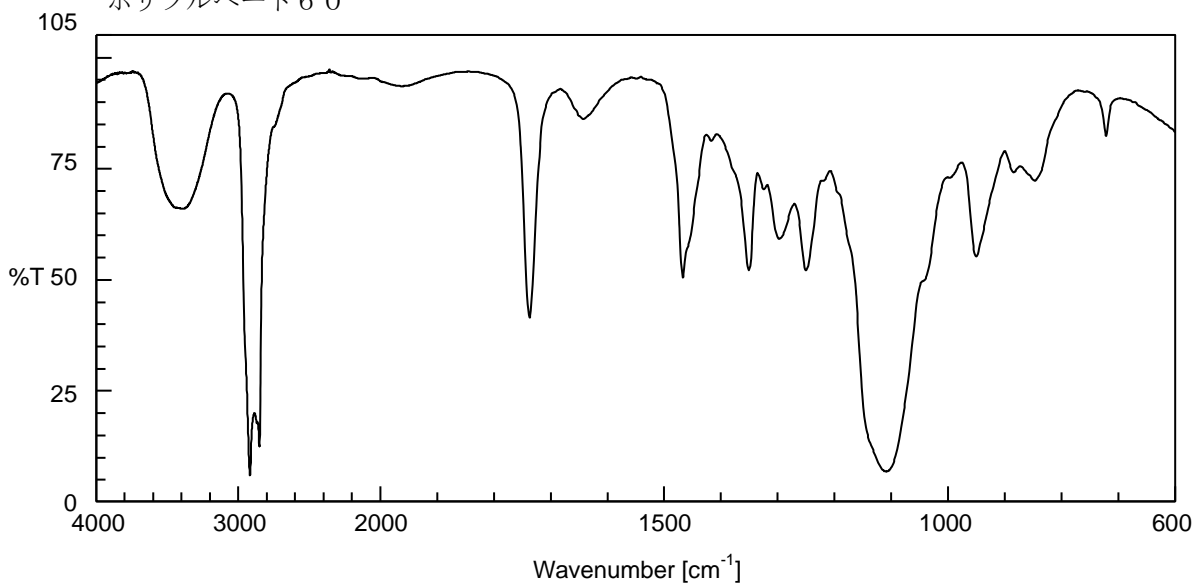
1-ペンテン-3-オール



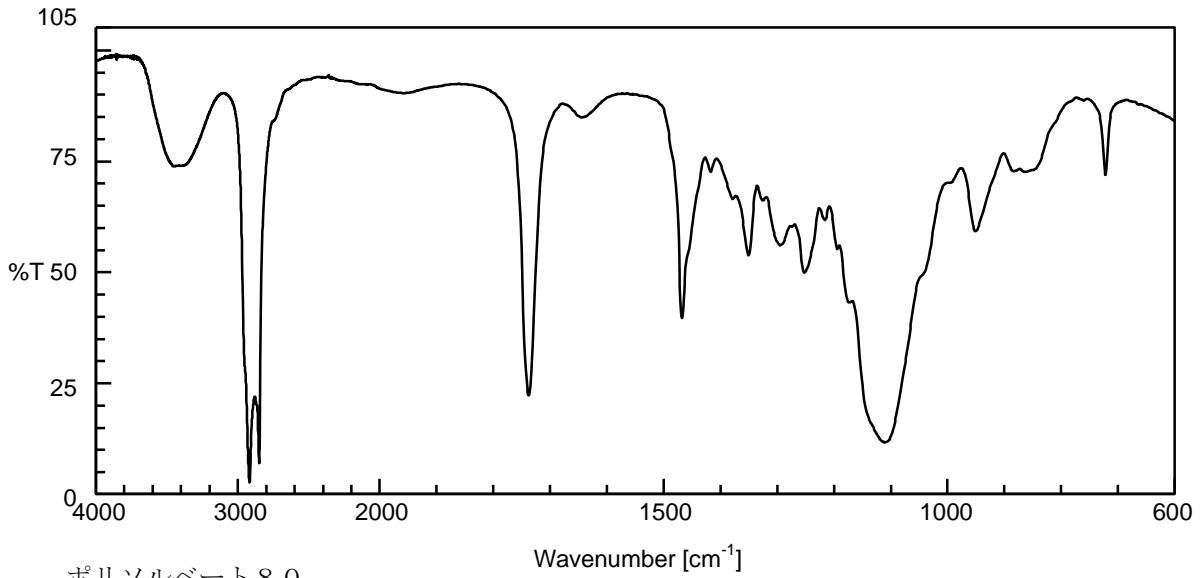
ポリソルベート 20



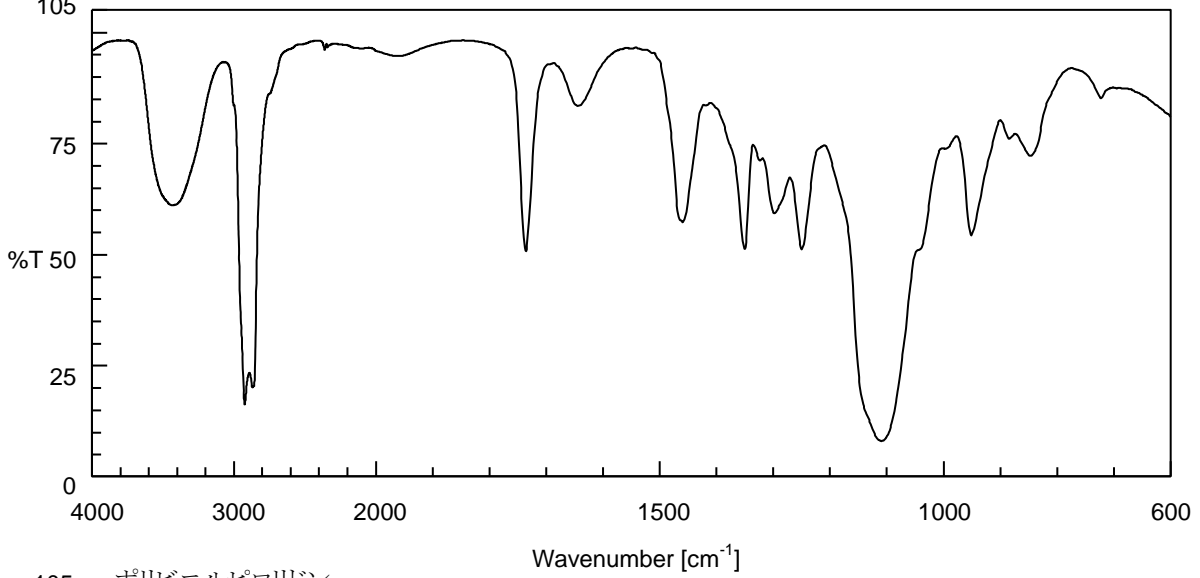
ポリソルベート 60



ポリソルベート 65



ポリソルベート 80



ポリビニルピロリドン

