

酢酸ゲラニル

Geranyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

~~(2E)-3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-yl acetate (E)-3,7-dimethyl-2,6-octadiene-1-yl acetate~~

~~[105-87-3]~~

含 量 本品は、酢酸ゲラニル ($C_{12}H_{20}O_2$) 90.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、ゲラニオールのおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$

(2) 比重 0.903～0.917

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 80 vol% エタノール 4.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5 mol/l エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14 mg $C_{12}H_{20}O_2$

酢酸シクロヘキシル

Cyclohexyl Acetate

$C_8H_{14}O_2$

分子量 142.20

~~Cyclohexyl acetate [622-45-7]~~

含 量 本品は、酢酸シクロヘキシル ($C_8H_{14}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品約 2 ml を蒸発皿に採りとり、これに硝酸 1 ml を加えて水浴中で 20 分間加熱し、更にホットプレート上で炭化しないように注意しながら蒸発乾固する。冷後、水 4 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 0.5 ml を加えて溶かし、更に硝酸 (1 → 10) を加えて微酸性とした後、試験管に移し、硝酸銀溶液 (1 → 50) 1 ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに硝酸 (1 → 10) を加えて強酸性とするとき、沈殿は溶ける。

(2) 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.439 \sim 1.442$

- (2) 比重 0.970～0.973
 (3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)
 (4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/ℓエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 71.10mg C₈H₁₄O₂

酢酸シトロネリル

Citronellyl Acetate

C₁₂H₂₂O₂ 分子量 ~~198.31~~ 198.30
~~3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl acetate 3,7-dimethyl-6-octen-1-yl acetate~~ [150-84-5]

含量 本品は, 酢酸シトロネリル (C₁₂H₂₂O₂) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え, 水浴中で 10 分間加熱するとき, 特有のにおいはなくなり, シトロネロールのにおいを発する。

冷後, 水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 n_D²⁰ = 1.443～1.451

- (2) 比重 0.888～0.894
 (3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~7.0~~ 7.0ml)
 (4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1.5gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/ℓエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15mg C₁₂H₂₂O₂

酢酸シンナミル

Cinnamyl Acetate

C₁₁H₁₂O₂ 分子量 ~~176.22~~ 176.21
~~3-Phenylprop-2-en-1-yl acetate 3-phenyl-2-propenyl acetate~~ [103-54-8]

含量 本品は, 酢酸シンナミル (C₁₁H₁₂O₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え, 還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱するとき, 特有のにおいはなくなる。冷後, 水 5 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1.2ml を加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 n_D²⁰ = 1.539～1.543

- (2) 比重 1.053~1.057
(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~6~~6.0ml)
(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/±Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 88.11mg C₁₁H₁₂O₂

酢酸テルピニル

Terpinyl Acetate

C₁₂H₂₀O₂

分子量 196.29

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-yl acetate (α -terpinyl acetate), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexyl acetate (β -terpinyl acetate) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexyl acetate (γ -terpinyl acetate) [8007-35-0]
~~mixture of *p*-menth-1-en-8-yl acetate (α -terpinyl acetate), *p*-menth-8-en-1-yl acetate (β -terpinyl acetate), and *p*-menth-4-en-1-yl acetate (γ -terpinyl acetate) [α -体 80-26-2 β -体 10108-23-0 γ -体 10235-63-0]~~

含量 本品は, 酢酸テルピニル (C₁₂H₂₀O₂) 97.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品0.5mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 mlを加え, 還流冷却器を付けて水浴中で1時間加熱するとき, 特有のにおいはなくなり, テルピネオールのにおいを発する。冷後, 水 6 ml及び塩酸 (1 → 4) 2 mlを加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 n_D^{20} = 1.464~1.467

(2) 比重 0.956~0.965

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~5~~5.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約0.7gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

ただし, 0.5mol/±Lエタノール製水酸化カリウム溶液20mlを使用し, 加熱時間は, 2時間とする。

0.5mol/±Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg C₁₂H₂₀O₂

酢酸ナトリウム

Sodium Acetate

分子量 ~~3水塩水和物~~ 136.08

$C_2H_3NaO_2 \cdot nH_2O$ ($n = 3$ 又は 0) 無水物 82.03

Monosodium acetate trihydrate [6131-90-4, 3水和物]

Monosodium acetate [127-09-3, 無水物]

~~monosodium acetate hydrate [3水塩6131-90-4 無水物127-09-3]~~

定義 本品には結晶物（~~3水塩水和物~~）及び無水物があり，それぞれを酢酸ナトリウム（結晶）及び酢酸ナトリウム（無水）と称する。

含量 本品を乾燥したものは，酢酸ナトリウム（ $C_2H_3NaO_2$ ）98.5%以上を含む。

性状 結晶物は，無色透明の結晶又は白色の結晶性の粉末であり，無水物は，白色の結晶性の粉末又は塊で，においが無い。

確認試験 (1) 本品を徐々に加熱すると融解し，次に分解してアセトンのにおいを発する。また残留物の水溶液は，アルカリ性である。

(2) 本品は，ナトリウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明（1.0g，水20ml）

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 結晶物の場合は2.0g，無水物の場合は1.2gを量り，新たに煮沸し冷却した水20mlを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液2滴を加え，この液を10℃に保ち，次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば，0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.10mlを加えるとき，紅色を呈する。

(ii) 液が紅色ならば，その色は，0.1mol/L塩酸0.10mlを加えるとき，消える。

(3) 重金属 Pbとして10μg/g以下（2.0g，第1法，比較液 鉛標準液2.0ml）

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

乾燥減量 結晶物 36.0～42.0%（120℃，4時間）

無水物 2.0%以下（120℃，4時間）

定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，酢酸40mlを加えて溶かし，0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は，通例，電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液1ml）を用いる場合の終点は，液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液1ml = 8.203mg $C_2H_3NaO_2$

酢酸ビニル樹脂

Polyvinyl Acetate

~~Poly(1-acetoxyethylene) homopolymer of acetic acid ethenyl ester~~

定 義 本品は、酢酸ビニルの重合物である。

性 状 本品は、無～淡黄色の粒又はガラス状の塊である。

確認試験 本品約1gにトルエン酢酸エチル5mlを加えて溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき、 $1,725\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 $1,015\text{cm}^{-1}$ 、 937cm^{-1} 及び 785cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 遊離酸 CH_3COOH として0.20%以下

本品約2gを精密に量り、メタノール50mlを加え、時々振り混ぜて溶かし、水10mlを加え、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4～5滴）。別に空試験を行い補正する。次式によって遊離酸の含量を酢酸（ CH_3COOH ）として計算する。

$$\text{遊離酸の含量} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (ml)} \times 60}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10 \times 1,000} \times 100(\%)$$

(2) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下（2.0g、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml）

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下（0.50g、第3法、装置B）

(4) 残存モノマー $5\mu\text{g/g}$ 以下

酢酸ビニル樹脂を薬包紙及びラップフィルムで包み、木槌で叩いて細かく砕き、その約2.5gを正確に量り、トルエンを加えて溶解したのち、正確に25mlとし、検液とする。別に酢酸ビニル50mgを正確に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、A液とする。A液1.0ml、0.3ml、0.1ml、0.03ml及び0.01mlを量り、トルエンを加えて、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 $1\mu\text{l}$ ずつを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。次に標準液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の酢酸ビニルのピーク高さ又は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 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm、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ジメチルポリシロキサンを $5\mu\text{m}$ の厚さでコーティング被覆したもの。

カラム温度 100°C で8分間保持し、その後毎分 20°C で昇温し、 250°C に到達後5分間保持する。

注入口温度 150℃

注入方式 スプリット (8 : 1)

~~キャリヤーガス及び流量 ヘリウムを用いる。酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように流量を調整する。~~

流量 酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように調整する。

乾燥減量 1.0%以下 (0.7kPa以下, 80℃, 3時間)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

酢酸フェネチル

Phenethyl Acetate

酢酸フェニルエチル

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

~~2-Phenylethyl acetate~~ [103-45-7]

含 量 本品は、酢酸フェネチル ($C_{10}H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 ml にエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で20分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。

(2) 本品 1 ml に水酸化カリウム0.5gを加え、穏やかに沸騰させるとき、スチレンのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.501$

(2) 比重 1.033 ~ 1.037

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール2.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 82.10mg $C_{10}H_{12}O_2$

酢酸ブチル

Butyl Acetate

$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

~~Butyl acetate~~ [123-86-4]

含 量 本品は、酢酸ブチル ($C_6H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、~~1~~-ブタノールのにおいを発する。冷後、水 10 ml 及び塩酸 (1 → 4) 0.5 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.392 \sim 1.395$

(2) 比重 0.880 ~ 0.884

(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 3.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5 mol/l エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 58.08 mg $C_6H_{12}O_2$

酢酸ベンジル

Benzyl Acetate

$C_9H_{10}O_2$

分子量 ~~150.18~~ 150.17

~~Phenylmethyl acetate~~ ~~[[140-11-4]]~~

含 量 本品は、酢酸ベンジル ($C_9H_{10}O_2$) 98.0% 以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、温湯中で 20 分間加温するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

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し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.504$

(2) 比重 1.055 ~ 1.059

(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 4.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

(5) ハロゲン化合物 香料試験法による。

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5 mol/l エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 75.09 mg $C_9H_{10}O_2$

酢酸 *l*-メンチル

l-Menthyl Acetate

l-酢酸メンチル

$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 ~~198.31~~ 198.30

(1*R*,2*S*,5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexyl acetate

~~(1*R*,3*R*,4*S*)-5-methyl-2-(methylethyl)cyclohexyl acetate~~ ~~[[2623-23-6]]~~

含 量 本品は、酢酸 *l*-メンチル ($C_{12}H_{22}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、清涼感のあるにおいはなくなり、メントールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.445 \sim 1.448$

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -70 \sim -75^\circ$

(3) 比重 0.924 ~ 0.928

(4) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール ~~≧~~ 7.0 ml)

(5) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、2 時間とする。

0.5 mol/≧ エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15 mg $C_{12}H_{22}O_2$

酢酸リナリル

Linalyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-yl acetate ~~3,7-dimethyl-1,6-octadien-3-yl acetate~~

~~[[115-95-7]]~~

含 量 本品は、酢酸リナリル ($C_{12}H_{20}O_2$) 90.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.449 \sim 1.457$

- (2) 比重 0.902~0.917
(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール~~5~~5.0ml)
(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/~~1~~エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=98.14mg C₁₂H₂₀O₂

サッカリン

Saccharin

C₇H₅NO₃

分子量 183.19

1,2-Benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide

~~3-oxo-1,2-benzisothiazoline 1,1-dioxide~~ [~~81-07-2~~]

含量 本品を乾燥したものは, サッカリン (C₇H₅NO₃) 99.0%以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, におい~~が~~はないか又はわずかに芳香がある。味は極めて甘い。

確認試験 ~~「サッカリンナトリウム」の確認試験(2)及び(3)を準用する。~~

(1) 本品0.02gにレゾルシン0.040gを混和し, 硫酸10滴を加え, 混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後, 水10ml及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mlを加えて溶かすとき, 液は, 緑色の蛍光を発する。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mlを加えて溶かし, 穏やかに加熱して蒸発乾固し, 更に炭化しないように注意しながら融解し, アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後, 水約20mlを加えて溶かし, 塩酸 (1→10) で中和した後, ろ過し, ろ液に塩化鉄(III)溶液 (1→10) 1滴を加えるとき, 液は, 紫~赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 融点 226~230℃

(2) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 熱湯30ml)

無色, 澄明 (1.0g, エタノール35ml)

(3) 重金属 Pbとして10μg/g以下

本品2.0gを量り, エタノール40ml~~を加えて~~に溶かし, 試料とし, 以下第1法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mlを用いる。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品5.0gを量り, 分解フラスコに入れ, 硝酸10ml及び硫酸5mlを加えて加熱する。液がなお褐色を呈する場合は, 冷後, 硝酸1mlを追加して加熱する。この操作を液が無~淡黄色となるまで繰り返した後, 白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水10ml及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液15mlを加え, 再び白煙が発生する

まで加熱する。冷後、水を加えて50mlとし、この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。標準色は、ヒ素標準液10mlを量り、分解フラスコに入れ、硝酸10ml及び硫酸5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。ただし、10mlを量り試験に用いる。

- (5) 安息香酸及びサリチル酸 本品0.5gを量り、熱湯15mlを加えてに溶かし、~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)溶液(1→10)3滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。
- (6) オルトトルエンスルホンアミド オルトトルエンスルホンアミドとして25μg/g以下本品10gを量り、~~水酸化ナトリウム溶液(1→25)70mlを加えてに溶かし、す。~~以下「~~サッカリンナトリウム~~」の純度試験(6)を準用する。~~この液を、酢酸エチル30mlずつで3回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液(1→4)30mlで洗い、無水硫酸ナトリウム約10gを加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にナス型フラスコに移す。酢酸エチルを留去し、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、検液とする。別にオルトトルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のカフェインのピーク高さ(H_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H)との比H/H_sは、比較液のカフェインのピーク高さ(H'_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H')との比H'/H'_sを超えない。~~

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して3%のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

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1mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～205℃の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約6分後に現れるように調整する。

乾燥減量 1.0%以下(105℃, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、熱湯75mlを加えて溶かし、冷後、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)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml = ~~18.319~~18.32mg C₇H₅NO₃

サッカリンナトリウム

Sodium Saccharin

溶性サッカリン

分子量 2 ~~水塩水和物~~ 241.20

$C_7H_4NNaO_3 \cdot nH_2O$ ($n=2$ 又は 0) 無水物 205.17

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide dihydrate [6155-57-3, 2 水和物]

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9, 無水物]

~~monosodium 3-oxo-1,2-benzisothiazolinate 1,1-dioxide [2 水塩 6155-57-3 無水物 128-44-9]~~

含量 本品を乾燥したものは、サッカリンナトリウム ($C_7H_4NNaO_3$) 99.0 ~101.0 %を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の粉末で、味は極めて甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mlに塩酸 (1→4) 1 mlを加えて1時間放置し、生じた白色の結晶性の沈殿をろ過し、ろ紙上の残留物をよく水洗し、105°Cで2時間乾燥した後、融点を測定するときものの融点は、226~230°Cである。

(2) ~~本品20mgにレゾルシン40mgを混和し、硫酸10滴を加え、混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後、水10ml及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mlを加えて溶かすとき、液は、緑色の蛍光を発する。「サッカリン」の確認試験(1)を準用する。~~

(3) ~~本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 mlを加えて溶かし、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約20mlを加えて溶かし、塩酸 (1→10) で中和した後、ろ過し、ろ液に塩化第二鉄溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、紫~赤紫色を呈する。「サッカリン」の確認試験(2)を準用する。~~

(4) 本品の溶液 (1→10) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (粉末1.0g, 水1.5 ml)

無色、澄明 (粉末1.0g, エタノール70ml)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水10mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈さない。更に0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

(5) 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品0.5gを量り、~~水10mlを加えてに~~溶かし、酢酸5滴及び塩化第二鉄塩化鉄(III)溶液 (1→10) 3滴を加えるとき、沈殿を生

じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6) オルトトルエンスルホンアミド オルトトルエンスルホンアミドとして25 μ g/g
以下

~~本品10gを量り、水50mlを加えてに溶かす。溶かし、以下「サッカリン」の純度試験(6)を準用する。酢酸エチル30mlずつで3回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液(1→4)30mlで洗い、無水硫酸ナトリウム約10gを加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にオス型フラスコに移す。酢酸エチルを留去し、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、検液とする。別にオルトトルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のカフェインのピーク高さ(H_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H)との比 H/H_s は、比較液のカフェインのピーク高さ(H'_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H')との比 H'/H'_s を超えない。~~

~~操作条件~~

~~検出器 水素炎イオン化検出器~~

~~カラム充てん剤~~

~~液相 担体に対して3%のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル~~

~~担体 177～250 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3～4mm、長さ1mのガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 195～205℃の一定温度~~

~~キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。カフェインのピークが約6分後に現れるように、カラム温度及びキャリアーガスの流量を調整する。~~

乾燥減量 15.0%以下(120℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、非水滴定用酢酸20mlを加えて溶かし、0.1mol/L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2滴)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ml = ~~20.517~~20.52mg $C_7H_4NNaO_3$

サリチル酸メチル
Methyl Salicylate

$C_8H_8O_3$ 分子量 152.15

~~Methyl 2-hydroxybenzoate~~ ~~〔[119-36-8]〕~~

含 量 本品は、サリチル酸メチル ($C_8H_8O_3$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、~~3,200 cm^{-1} , 1,680 cm^{-1} , 1,618 cm^{-1} , 1,590 cm^{-1} , 1,488 cm^{-1} , 1,305 cm^{-1} , 1,215 cm^{-1} 及び757 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.535 \sim 1.538$

(2) 比重 1.183～1.189

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~8.0ml~~)

(4) 酸価 0.5以下 (香料試験法) ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。

定量法 本品約0.9gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 76.07mg $C_8H_8O_3$

酸化マグネシウム
Magnesium Oxide

MgO 分子量 40.30

~~Magnesium oxide~~ ~~〔[1309-48-4]〕~~

含 量 本品を強熱したものは、酸化マグネシウム (MgO) 96.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は類白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品 1 gに塩酸 (1 → 4) 25mlを加えて溶かした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 2.0%以下

本品2.0gを量り、水100mlを加え、水浴中で5分間加熱した後、直ちにろ過する。

冷後、ろ液25mlを量り、水浴中で蒸発乾固する。残留物を105℃で1時間乾燥し、

その~~重量~~質量を量る。

(2) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品2.0gを量り、水75mlを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩

酸を滴加した後，5分間煮沸する。冷後，定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し，ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水でよく洗った後，ろ紙と共に強熱し，残留物の重量質量を量る。

(3) 遊離アルカリ (1)のろ液50mlを量り，メチルレッド試液2滴を加え，0.05mol/L 硫酸2.0mlを加えるとき，液の色は，赤色を呈する。

(4) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

本品1.0gを量り，塩酸（1→4）25mlを加えて溶かし，水浴中で蒸発乾固し，蒸発終了近くに残留物をよくかき混ぜて微粉末にする。これに水20mlを加えて溶かし，同様に蒸発乾固した後，残留物に水20mlを加えて溶かす。必要があればろ過し，酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとし，検液とする。比較液は，鉛標準液2mlを正確に量り，酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとする。

(5) 酸化カルシウム 1.5%以下

定量法のA液50mlを正確に量り，水を加えて300mlとし，酒石酸溶液（1→5）0.6mlを加え，更にトリエタノールアミン溶液（3→10）10ml，水酸化カリウム溶液（1→2）10mlを加え，5分間放置した後，マイクロビュレットを用いて0.01mol/L EDTA溶液で滴定し（指示薬 NN指示薬約0.1g），その消費量をb mlとする。終点は，液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし，次式により含量を求める。

$$\text{酸化カルシウム (CaO) の含量} = \frac{b \text{ (ml)} \times 0.5608}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品0.50gを量り，塩酸（1→4）5mlを加えて溶かし，検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 10.0%以下（1,000℃，30分間）

定量法 本品を強熱し，その約0.5gを精密に量り，水5mlで潤し，塩酸10mlと過塩素酸10mlを加え，時計皿でふたをして徐々に加熱し，濃厚な白煙が出始めてから，更に10分間加熱する。冷後，温水約50mlと塩酸（1→2）5mlを加え，少し加熱して直ちに定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し，ろ液に水を加えて正確に500mlとし，A液とする。A液10mlを正確に量り，水を加えて100mlとし，アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液（pH10.7）5mlとエリオクロムブラックT試液2滴を加え，直ちに0.01mol/L EDTA溶液で滴定し，その消費量a mlを求める。終点は，液の赤色が青色となるときとする。純度試験(5)で得た消費量b mlを用い，次式により含量を求める。

$$\text{酸化マグネシウム (MgO) の含量} = \frac{(a - 0.2b) \times 2.0152}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

三二酸化鉄

Iron Sesquioxide

三酸化二鉄

ベンガラ

Fe_2O_3

分子量 159.69

Iron(III)_oxide [1309-37-1]

含量 本品は、三二酸化鉄 (Fe_2O_3) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、赤～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品 1 gに塩酸 (1 → 2) 3 mlを加え、加熱して溶かした液は、第二鉄塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 0.75%以下

本品 5.0 gを量り、水 200 ml を加えて 5 分間煮沸する。冷後、水を加えて 250 ml とし、ろ過し、初めのろ液約 50 ml を捨て、残りのろ液 100 ml を正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を、105～110℃で 2 時間乾燥し、その重量を量る。

(2) 重金属 Pbとして 40 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.0 gを量り、磁製皿に入れ、塩酸 (1 → 2) 20 mlを加え、加熱して溶かし、約 1 mlになるまで蒸発濃縮した後、王水 6 mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1 → 2) 5 mlを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿は塩酸 (1 → 2) 5 mlずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40 mlずつで 2 回、次にジエチルエーテル 20 mlを用いて振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 gを加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1 → 2) を滴加し、酢酸 (1 → 20) 4 mlを加えてよく振り混ぜ、必要があればろ過し、水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 4.0 mlに塩酸 (1 → 2) 20 mlを加え、検液の場合と同様に操作して調製する。

(3) ヒ素 As_2O_3 として 2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.0 gを量り、塩酸 (1 → 2) 30 ml及び硝酸 1 mlを加え、加熱して溶かし、水浴上で蒸発濃縮して約 5 mlとし、水 15 mlを加え、ろ過する。ろ紙上の不溶物は温湯 5 mlずつで 3 回洗い、洗液はろ液に合わせる。この液に、硫酸 1 mlを加え、白煙が発生しなくなるまで蒸発濃縮する。次に亜硫酸 10 mlを加え、約 2 mlになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 5 mlとし、これを検液とする。装置 B を用いる。

定量法 本品約 0.2 gをヨウ素瓶に精密に量り、塩酸 5 mlを加え、水浴上で加温して

溶かし、水25ml及びヨウ化カリウム3gを加え、密栓し、暗所で15分間放置した後、水100mlを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する。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、デンプン試液3mlを加え、生じた青色が脱色するとされるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム液 1 ml = ~~7.985~~ 7.984mg Fe₂O₃

新規指定 次亜塩素酸水

次亜塩素酸ナトリウム

Sodium Hypochlorite

次亜塩素酸ソーダ

NaClO

分子量 74.44

~~S~~odium hypochlorite

含 量 本品は、有効塩素4.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡緑黄色の液体で、塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応(1)及び次亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→25) 4mlにリン酸緩衝液(pH8) 100mlを加えた液は、波長291～294nmに極大吸収部がある。

(3) 本品に赤色リトマス紙を浸すとき、リトマス紙は青変し、次に退色する。

定 量 法 本品約3gを精密に量り、水50mlを加え、ヨウ化カリウム2g及び酢酸(1→4) 10mlを加え、直ちに密栓して暗所に15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)。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 = ~~3.5453~~ 3.545mg Cl

次亜硫酸ナトリウム

Sodium Hydrosulfite

ハイドロサルファイト

Na₂S₂O₄

分子量 174.11

~~S~~odium dithionite ~~—[7775-14-6]—~~

含 量 本品は、次亜硫酸ナトリウム(Na₂S₂O₄) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 100) 10mlに硫酸銅溶液 (1 → 20) 2 mlを加えるとき、液の色は、灰黒色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 10mlに過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 300) 1 mlを加えるとき、液の色は直ちに消える。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 微濁

あらかじめホルマリン10mlに水10mlを加え、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) で中和した液10mlに本品0.50gを量って加えて溶かし、5分間放置し、検液とする。

(2) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

本品5.0gを量り、熱湯30mlを加えて溶かし、塩酸5 mlを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に熱湯15ml及び塩酸5 mlを加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に水を加えて溶かし、~~水~~約20mlとし、ろ過し、水を加えて25mlとし、試料液とする。試料液10mlを量り、酢酸 (1 → 20) 2 ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2 mlを正確に量り、酢酸 (1 → 20) 2 ml及び水を加えて50mlとする。

(3) 亜鉛 Znとして80 μg/g以下

(2)の試料液5 mlを量り、アンモニア試液0.1mlを加え、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、水を加えて20mlとし、塩酸 (1 → 4) 5 ml及び新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1 → 10) 0.1mlを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、亜鉛標準液8.0mlを量り、ネスラー管に入れ、水を加えて20mlとし、塩酸 (1 → 4) 5 ml及び新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1 → 10) 0.1mlを加え、15分間放置する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品5.0gを量り、~~水を加えて~~に溶かし、25mlとする。この液5 mlを量り、硫酸1 mlを加え、約2 mlになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10mlとする。この液5 mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

(5) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 本品0.5gを量り、水5 ml~~を加えて~~に溶かし、クロム酸カリウム溶液 (1 → 200) 2 ml及び三酸化ヒ素試液2 mlを加えて水浴中で2分間加熱するとき、液は、紫色を呈さない。

(6) ギ酸塩 HCHOとして0.050%以下

本品1.0gを量り、~~水を加えて~~に溶かし~~水~~1,000mlとする。この液10mlを量り、塩酸 (1 → 2) 5 mlを加え、次にマグネシウム末約0.3gを少量ずつ加え、泡の発生がほとんど認められなくなった後、時計皿で覆い、2時間放置し、検液とする。この液1 mlを量り、硫酸2 ml及びクロモトロープ酸試液0.5mlを加え、水浴中で10

分間加熱するとき、~~液の色は次の~~比較液の色より濃くない。比較液は、希ホルムアルデヒド標準液1.0mlを量り、塩酸（1→2）5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

定量法 あらかじめホルマリン10mlに水10mlを加え、水酸化ナトリウム溶液（1→25）で中和した液に本品約2gを精密に量って加え、更に水を加えて溶かし、~~正確に~~500mlとする。この液25mlを正確に量り、塩酸（1→10）を加えてpH~~を~~1.1～1.5に調整した後、次亜硫酸ナトリウム用0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンブレン試液）。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1 ml = 4.353mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

シェラック

Shellac

セラック

定義 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer spp.*) の分泌液から得られた、アレウリチン酸とシェロール酸又はアレウリチン酸とジャラール酸のエステルを主成分とするものである。

本品には、白シェラック及び精製シェラックがあり、ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

白シェラック

性状 本品は、白～淡黄色の顆粒状又は小粒状の細片で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品12gにエタノール60mlを加えて振り混ぜるとき、常温で3時間以内に溶ける。また、本品12gにトルエン60mlを加えて同様に操作するとき、溶けない。ただし、含ロウ品にあつてはロウの微細粒子が分散した溶液となる。

(2) 本品~~50mg~~0.05gを170℃の熱板上で加熱して熔融し、更に続けて加熱するとき、熱重合してゴム状になる。冷後、これにエタノール1mlを加えて振り混ぜるとき、溶けない。

純度試験 (1) 酸価 73～89

本品約1gを精密に量り、中和エタノール50mlを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、30秒間持続する紅色を呈するまで滴定するか、又は電位差計を用いて滴定する。

(2) 重金属 Pbとして10μg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $2.0\mu g/g$ 以下(1.0g, 第3法, 装置B)

~~(4) ロシン 本品2.0gに無水エタノール10mlを加えて溶かし, 振り混ぜながらヘキサン50mlを徐々に加える。この液を200mlの分液漏斗に入れ, 水50mlずつで2回洗い, 上層液を採り, ろ過し, ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物にフェノール/クロロホルム混液(1:2)2mlを加えて溶かし, 滴板のくぼみに入れ, その隣のくぼみに臭素/クロロホルム混液(1:4)を満たし, 直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い, 放置するとき, 残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない。~~

(54) ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

本品10.0gに炭酸ナトリウム溶液(1→60)150mlを加え, 水浴上で振り混ぜて溶かし, 更に時計皿で覆い, 静置したまま3時間加熱した後, 水で1時間以上冷却する。浮遊するロウをろ取し, ロウ及びろ紙を水で洗った後, ビーカーに入れ, ほとんど水分がなくなるまで $65^{\circ}C$ 以下で乾燥し, ロウをろ紙とともにソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる。ビーカーにはクロロホルムヘキサンを適量注ぎ, 加温してロウを溶かし, 先の円筒ろ紙に入れ, クロロホルムヘキサンで2時間抽出する。クロロホルムヘキサン液を蒸発乾固し, 残留物を $105^{\circ}C$ で3時間乾燥し, 重量質量を測定する。

~~(45) ロシン 本品2.0g~~を~~無水エタノール10ml~~を加えて~~に溶かし, 振り混ぜながらヘキサン50mlを徐々に加える。この液を200mlの分液漏斗に入れ, 水50mlずつで2回洗い, 上層液を採りとり, ろ過し, ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物にフェノール/クロロホルム混液(1:2)2ml無水酢酸5mlを加えて, 必要があれば水浴上で加温して溶かし, す。滴板のくぼみに入れ, その隣のくぼみに臭素/クロロホルム混液(1:4)を満たし, 直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い, 放置するとき, 残留物を溶かした液は1分間以内に紫色又は青色を呈しない。溶けた液20mlを比色瓶に移し, 硫酸1滴を加えるとき, 液の色は紫赤色から紫色を経て黄土色への変化を呈さない。~~

乾燥減量 6.0%以下(40°Cで4時間乾燥後, デシケーターで15時間乾燥する。)

灰分 1.0%以下

精製シェラック

性状 本品は, 黄~暗褐色の細片で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 「白シェラック」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 酸価 60~80 「白シェラック」の純度試験(1)を準用する。ただし, 終点の確認は, 電位差計を用いる。

(2) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $2.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

~~(54)~~ ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

「白シェラック」の純度試験~~(54)~~を準用する。

~~(45)~~ ロシン 「白シェラック」の純度試験~~(45)~~を準用する。

乾燥減量 2.0%以下 (40°Cで4時間乾燥後, デシケーターで15時間乾燥する。)

灰 分 1.0%以下

ジェランガム

Gellan Gum

ジェラン多糖類

~~〔71010-52-1〕~~

定 義 本品は、~~シールドモナス~~スフィンゴモナス属菌 (*Sphingomonas elodea*) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥したものは、ジェランガム85.0~108.0%を含む。

性 状 本品は、類白~類褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 水に溶けて粘ちよう粘稠な溶液になる。

(2) 本品1gを量り、100mlの水を加えて2時間~~かくはんす~~かき混ぜる。この液の少量をピペットにとり、10%塩化カルシウム溶液に加えるとき、線状のゲルが直ちに生じる。

(3) (2)で得られた液90mlに、塩化ナトリウム0.50gを加え、この液を~~かくはんし~~かき混ぜながら80°Cに加熱し、1分間保持した後、~~かくはんせ~~かき混ぜずに室温まで放冷するとき、ゲルを生じる。

純度試験 (1) 総窒素 3%以下~~(1.0g, ケルダール法)~~

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

~~(2) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

~~(32)~~ 鉛 Pbとして~~2~~ $2.0\mu\text{g/g}$ 以下 (5.0g, 第1法)

~~(43)~~ ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

~~(4) 2-プロパノール 0.075%以下~~

(i) 装置 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約2gをナス型フラスコAに精密に量り、水200ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約1mlを入れ、よく混和する。内標準溶液4mlを正確に量り、メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らないように調整しながら1分間に2~3mlの留出速度で蒸留して、留分液が約90mlになるまで蒸留する。を採りこの留分に、水を加えて正確に100mlとし、検液とする。ただし、内標

準溶液は、tert-ブタノール溶液（1→1000）とする。別に、2-プロパノール約0.5gを精密に量り、水を加えて正確に50ml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3ml及び内標準溶液8mlを正確に量り、水を加えて正確に200mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0μl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。検液及び標準液のtert-ブタノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.3(\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250μmの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、

カラム管 内径3mm、長さ2mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量： 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下（105℃，2.5時間）

灰分 16.0%以下（乾燥物換算）

微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下である。また大腸菌は認めない。

定量法 あらかじめクロマトグラフィー用ケイソウ土約1.0gを精密に量り、ガラスろ過器（1G3）に加えて均一になるように広げ、105℃で5時間乾燥し、デシケータ中で放冷した後、重量質量を精密に量る。乾燥した本品約0.2gを精密に量り、水50mlを加え水浴中で攪拌かき混ぜて溶解し、60~70℃に加温した~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノール200mlを加えてよくかき混ぜた後、一夜放置する。得られた沈殿を78vol%~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノールを用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物を20mlの78vol%~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノールで3回洗った後、10mlの78vol%~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノールで2回洗う。このガラスろ過器を105℃で一夜乾燥した後、重量質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{ジェランガムの含量} = \frac{\text{残留物の重量質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

β-シクロデキストリン

β -Cyclodextrin
 β -サイクロデキストリン

$C_{42}H_{70}O_{35}$

分子量 ~~1134.99~~1134.98

Cyclomaltoheptaose [7585-39-9]

定 義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち7個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

含 量 本品を乾燥したものは、 β -シクロデキストリン ($C_{42}H_{70}O_{35}$) 98.0%以上を含む。

性 状 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0.2gにヨウ素試液 2 mlを加え、水浴中で加温して溶かした後、室温に放置するとき、黄褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$

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、30分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明 (0.50g, 水50ml)

(3) 塩化物 Clとして0.018%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.25ml)

(4) 重金属 Pbとして5.0 μ g/g以下 (4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(5) 鉛 Pbとして1.0 μ g/g以下 (10.0g, 第1法)

(6) ヒ素 As_2O_3 として1.3 μ g/g以下 (1.5g, 第2法, 装置B)

(7) 還元物質 本品を乾燥し、その1.0gを正確に量り、水25mlを加えて溶かし、フェーリング試液40mlを加え、3分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器(1G4)を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過するし、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液20mlを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は3.2 ml以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa, 4時間)

強熱残分 0.10%以下 (550℃)

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.50gを精密に量り、加熱した水約35mlを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mlとし、検液とする。別に定量用 β -シクロデキストリンを乾燥し、約0.7gを精密に量り、加熱した水約45mlを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mlとし、標準液とする。更にこの溶液標準液 5 mlずつを正確にとり量り、水を加えてそれぞれ正確に10ml及び20mlとする。更に同様に操作して調製

し、標準液とする。

検液及び3濃度の標準液をそれぞれ10 μ lずつを量り、~~それぞれの液につき、~~次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。~~次にそれぞれの各標準液の~~ β -シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の β -シクロデキストリンのピーク面積から検液中の β -シクロデキストリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\frac{\beta\text{-シクロデキストリン (C}_{42}\text{H}_{70}\text{O}_{35}) \text{ の含量}}{\text{検液中の } \beta\text{-シクロデキストリンの量 (g)}} \times 100 (\%) = \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9~10 μ mの~~ゲル型スルホン化ポリスチレン~~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10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0ml/分の一定量

シクロヘキシルプロピオン酸アリル

Allyl Cyclohexylpropionate

C₁₂H₂₀O₂ 分子量 196.29
Allyl 3-cyclohexylpropionate 2-propenyl 3-cyclohexylpropionate [2705-87-5]

含 量 本品は、シクロヘキシルプロピオン酸アリル (C₁₂H₂₀O₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無~淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、アリルアルコールのにおいを発する。~~

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し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.462$

(2) 比重 0.948~0.953

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール4.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1.5gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg $C_{12}H_{20}O_2$

L-シスチン

L-Cystine

$C_6H_{12}N_2O_4S_2$

分子量 240.30

(2R,2R')-3,3'-Disulfanylbis[2-amino-3-sulfanylpropanoic acid]

~~[R-(R*,R*)]-3,3'-dithiobis(2-aminopropanoic acid) [56-89-3]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-シスチン($C_6H_{12}N_2O_4S_2$) 98.0~102.0%
を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、
味はないかわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の飽和溶液 5 ml にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 ml を加え、水浴中
で 3 分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 本品の 2 mol/≠L塩酸溶液 (1→30) 3 ml に亜鉛末 0.04 g を加え、水浴中で 10 分間
加熱し、冷後、必要があればろ過し、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 10 ml を加えて
振り混ぜた後、ニトロプルシドナトリウム試液を 1 滴加えるとき、赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -215 \sim -230^\circ$

本品約 2 g を精密に量り、1 mol/≠L塩酸を加えて溶かして正確に 100 ml とし、旋
光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。

(2) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 1 mol/≠L塩酸 20 ml)

(3) 液性 pH 5.0~6.5 (飽和水溶液)

(4) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (0.07 g, 比較液 0.01 mol/≠L塩酸 0.20 ml)

(5) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

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

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

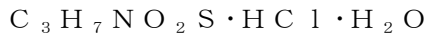
強熱残分 0.10% 以下

定 量 法 本品約 0.3 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し、更
に乾燥物換算を行う。ただし、分解促進剤として二酸化セレン 0.2 g を加え、4 時間
加熱して分解する。

0.05 mol/≠L硫酸 1 ml = ~~12.015~~ 12.02 mg $C_6H_{12}N_2O_4S_2$

L-システイン塩酸塩

L-Cysteine Monohydrochloride



分子量 175.64

(2R)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate

~~(R)-2-amino-3-mercaptopropanoate monohydrochloride monohydrate~~ ~~[7048-04-6]~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-システイン塩酸塩 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}\cdot\text{HCl}$ = 157.62) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ml にピリジン 0.5 ml 及びニンヒドリン溶液 (1→100) 1 ml を加え、5 分間加熱するとき、液は、紫~紫褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1,000) 10 ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 ml 及びニトロプルシドナトリウム溶液 (1→20) 2 滴を加えるとき、液は、紫赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) 10 ml に過酸化水素 1 ml を加え、水浴中で 10 分間加熱した液は、塩化物 (2) の反応を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +5.0 \sim +8.0^\circ$ (4.0 g, 塩酸 (1→10), 50 ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 ml)

(3) 重金属 Pb として $20 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.50 g を量り、分解フラスコに入れ、硫酸 5 ml 及び硝酸 5 ml を加えて加熱し、更に時々硝酸 2~3 ml ずつを追加し、液が無~淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 ml を加え、白煙を発生するまで加熱濃縮して 2~3 ml とする。冷後、水を加えて 10 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、ヒ素標準液 2.0 ml を量り、分解フラスコに入れ、硫酸 5 ml 及び硝酸 5 ml を加えて加熱し、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(5) シスチン 本品 0.20 g を量り、*N*-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて溶かし、100 ml とする。この液 2 ml をとり *N*-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて 20 ml とし、30 分間放置し、検液とする。検液 $5 \mu\text{l}$ を量り、対照液を用いず、~~1~~ 1-ブタノール/水/酢酸混液 (2:1:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行~~うとき~~い、展開溶媒の先端が原線より約 15 cm の高さに上昇したとき 展開をやめる。薄層板を 80℃ で 30 分間乾燥した後、ニンヒドリンのメタノール/酢酸混液 (97:3) の溶液 (1→100) を噴霧し、80℃ で 10 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。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110℃で1時間乾燥したものを使用し、~~する。展開溶媒の先端が原線より約15cmの高さに上昇したとき展開をやめる。薄層板を80℃で30分間乾燥した後、ニンヒドリンのメタノール/酢酸混液(97:3)の溶液(1→100)を噴霧し、80℃で10分間加熱して呈色させ、自然光下で観察する。~~

乾燥減量 8.0~12.0% (0.7kPa以下, 24時間)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約0.25gを精密に量り、水20mlを加えて溶かし、更にヨウ化カリウム4gを加えて溶かす。この液に塩酸(1→4)5ml及び0.05mol/Lヨウ素溶液25mlを正確に量って加え、氷水中で20分間暗所に放置した後、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)。別に空試験を行う。更に乾燥物換算を行う。

0.05mol/Lヨウ素溶液1ml = ~~15.762~~ 15.76mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

5'-シチジル酸二ナトリウム

Disodium 5'-Cytidylate

5'-シチジル酸ナトリウム

$C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$

分子量 367.16

~~Disodium cytidine 5'-monophosphate disodium 1-β-D-ribofuranosyleytosine 5'-phosphate~~ ~~[[6757-06-8]]~~

含量 本品を無水物換算したものは、5'-シチジル酸二ナトリウム($C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(3→10,000)3mlに塩酸1ml及び臭素試液1mlを加えて水浴中で30分間加熱し、空気を吹きこんで臭素を除いた後、オルシン・エタノール溶液(1→10)0.2mlを加え、更に硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液(1→1,000)3mlを加え、水浴中で20分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→20)5mlにマグネシア試液2mlを加えるとき、沈殿を生じない。次に硝酸7mlを加えて10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えて中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品 ~~20mg~~ 0.02gに塩酸(1→1,000)1,000mlを加えて溶かした液は、波長277~281nmに極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明(0.50g, 水10ml)

- (2) 液性 pH8.0～9.5 (1.0g, 水20ml)
- (3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
- (4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)
- (5) 吸光比 本品~~20mg~~0.020gを量り, 塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして1,000mlとする。この液の波長250nm, 260nm及び280nmにおけるそれぞれの吸光度A₁, A₂及びA₃を測定するとき, A₁/A₂は0.40～0.52, A₃/A₂は1.85～2.20である。
- (6) 他の核酸分解物「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験(6)を準用する。
- 水分 26.0%以下 (0.15g, 逆滴定) ただし, 水分測定用試液を過量に加え, 20分間かき混ぜた後, 滴定を行う。
- 定量法 本品約0.5gを精密に量り, 塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液10mlを正確に量り, 塩酸 (1→1,000) を加えて正確に250mlとし, 検液とする。波長280nmにおける検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

5'-シチジル酸二ナトリウム (C₉H₁₂N₃Na₂O₈P) の含量

$$= \frac{0.5 \times 144.6 \times A}{\text{試料の採取量 (g)} \times 100 - \text{水分 (\%)}} \times 100 (\%)$$

$$= \frac{0.5 \times 1.446 \times A}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

シトラール

Citral

C₁₀H₁₆O 分子量 ~~152.24~~152.23
Mixture of (2E)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (trans-isomer) and (2Z)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (cis-isomer)
~~mixture of (E)-3,7-dimethyl-2,6-octadien-1-al and~~
~~(Z)-3,7-dimethyl-2,6-octadien-1-al [5392-40-5]~~

含量 本品は, シトラール (C₁₀H₁₆O) 96.0%以上を含む。

性状 本品は, 無～淡黄色の液体で, レモンようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 n_D²⁰ = 1.486～1.490

- (2) 比重 0.880~0.894
(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 60vol%エタノール10ml)
(4) 酸価 5.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。

0.5mol/L塩酸 1ml = 76.12mg C₁₀H₁₆O

シトロネラール

Citronellal

C₁₀H₁₈O

分子量 154.25

~~3,7-Dimethyloct-6-enal 3,7-dimethyl-6-octen-1-al [106-23-0]~~

含量 本品は、シトロネラール (C₁₀H₁₈O) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品1mlに亜硫酸水素ナトリウム試液2ml及び無水炭酸ナトリウム溶液(1→8)2滴を加えて振り混ぜるとき、発熱して白色の結晶塊となる。これに亜硫酸水素ナトリウム試液10mlを追加して水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、~~≡~~結晶塊は溶ける。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.446 \sim 1.452$

- (2) 比重 0.852~0.859
(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール~~5~~5.0ml)
(4) 酸価 3.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。

0.5mol/L~~≡~~塩酸 1ml = ~~77.13~~77.12mg C₁₀H₁₈O

シトロネロール

Citronellol

C₁₀H₂₀O

分子量 156.27

~~3,7-Dimethyloct-6-en-1-ol 3,7-dimethyl-6-octen-1-ol [106-22-9]~~

含量 本品は、シトロネロール (C₁₀H₂₀O) 94.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品1mlに無水酢酸1ml及びリン酸1滴を加え、10分間微温に保った後、

水 1 ml を加え、温湯中で 5 分間振り混ぜる。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液（1 → 8）を加えて微アルカリ性とするとき、酢酸シトロネリルのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.453 \sim 1.462$

(2) 比重 0.853 ~ 0.863

(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 4.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

(5) エステル価 4.0 以下 (5 g, 香料試験法)

(6) アルデヒド類 本品約 5 g を正確に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量するとき、0.5 mol/l 塩酸の消費量は、0.7 ml 以下である。

定量法 香料試験法中のアルコール類含量の第 1 法により定量する。ただし、アセチル化油約 1 g を用いる。

1,8-シネオール

1,8-Cineole

ユーカリプトール

$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

~~1,3,3-Trimethyl-2-oxabicyclo[2.2.2]octane 1,3,3-trimethyl-2-oxabicyclo[2,2,2]octane~~ ~~[[470-82-6]]~~

含量 本品は、1,8-シネオール ($C_{10}H_{18}O$) 85.0% 以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、ユーカリの葉ようのにおいがある。

確認試験 ~~本品 3 g にあらかじめ加温して融解したオルトクレゾール 2 g を加えて振り混ぜるとき、結晶塊となり、水浴中で温めるとき、溶ける。~~

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し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.454 \sim 1.462$

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -3.0 \sim +10.0^\circ$

(3) 比重 0.915 ~ 0.929

(4) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール ~~6.0 ml~~)

(5) フェランドレン 本品 2.5 ml を量り、石油ベンジン 5 ml を加えて溶かす。この液に亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 10 ml を加え、徐々に酢酸 5 ml を加えるとき、10 分以内に結晶を析出しない。

(6) レゾルシン 本品 1.0 ml を量り、水 5 ml を加え及び水 / 硝酸第二水銀試液の混液 ~~(3 : 1) 1 滴を加え、よく振り混ぜながら水浴中で 2 分間加熱する。水冷後、硫~~

~~酸（1→20）1滴及び新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（1→10）1滴を加え、再び水浴中で2分間加熱するとき、水層は、黄～黄褐色を呈さないホウ酸ナトリウム溶液（1→500）4ml及び2,6-ジクロロキノンクロロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液の色は青～青紫色を呈さない。~~

定量法 本品3.0gを正確に量り、直径約15mm、長さ約~~80～160mm~~8～16cmの試験管（A）に入れ、加温して溶かしたオルトクレゾール2.1gを加え、温度計（B）を水銀球が液の中心よりやや下にくるようにコルク栓（E）で固定する。温度計で液を静かにかき混ぜ、結晶が析出し始める温度を読む。（A）を加熱して結晶を完全に融解させた後、コルク栓（C）を付けた広口瓶（D）に入れ、温度を徐々に低下させる。再び結晶が析出し始めるか、又は最初に記録した温度に達したとき、激しく温度計を上下して管壁を摩擦すると、温度は、やや上り、しばらくの間一定温度を示す。このとき温度計の示す温度を読み取る。同様の操作を繰り返して得られた温度のうち、の最高温度から次の表により1,8-シネオールの含量を算出する。

1,8-シネオール %

温度	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
47	80.0	80.2	80.4	80.6	80.8	81.1	81.3	81.5	81.7	81.9
48	82.1	82.3	82.5	82.7	82.9	83.2	83.4	83.6	83.8	84.0
49	84.2	84.4	84.6	84.8	85.0	85.3	85.5	85.7	85.9	86.0
50	86.3	86.6	86.8	87.1	87.3	87.6	87.8	88.1	88.3	88.6
51	88.8	89.1	89.3	89.6	89.8	90.1	90.3	90.6	90.8	91.1
52	91.3	91.6	91.8	92.1	92.3	92.6	92.8	93.1	93.3	93.6
53	93.8	94.1	94.3	94.6	94.8	95.1	95.3	95.6	95.8	96.1
54	96.3	96.6	96.9	97.2	97.5	97.8	98.1	98.4	98.7	99.0
55	99.3	99.7	100.0							

図は省略

ジフェニル

Diphenyl

ビフェニル

$C_{12}H_{10}$

分子量 154.21

~~Biphenyl phenylbenzene [92-52-4]~~

含量 本品は、ジフェニル（ $C_{12}H_{10}$ ）98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶、結晶性の粉末又は結晶塊で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の酢酸エチル溶液 (1→100) 2滴に酢酸0.5ml及び硝酸1mlを加え、70℃で30分間加熱した後、冷却し、水5ml及び酢酸エチル10mlを加えて振り混ぜた後、酢酸エチル層5mlを採りとり、酢酸エチルを留去する。残留物にエタノール1mlを加えて溶かし、塩酸(1→2)2ml及び亜鉛末0.2gを加え、水浴中で10分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液に水50mlを加えた後、亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)1mlを加えて振り混ぜ、10分間放置した後、スルファミン酸アンモニウム溶液(1→40)1mlを加え、5分間放置する。次に*N*-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩1gを塩酸(1→4)100mlに溶かした液2mlを加え、よく振り混ぜて20分間放置するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の酢酸エチル溶液(1→100)1mlにホルマリン・硫酸試液1mlを層積するとき、下層は、青～緑青色を呈する。

純度試験 (1) 融点 69～71℃

(2) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品の粉末1.0gを量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硫酸1ml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する。放冷後、更に硫酸1mlを加え、徐々に加熱して白煙がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで450～550℃に強熱する。冷後、残留物に塩酸1ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)1ml及び水15mlを加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。

(3) ナフタレン及びその誘導体 本品2.5gを量り、クロロホルム50mlを加えて溶かし、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液(1→50)2.0mlを加え、更にクロロホルムを加えて100mlとし、検液とする。別にナフタレン・クロロホルム溶液(1→1,000)5mlを量り、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液(1→50)2.0mlを加え、更にクロロホルムを加えて100mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のナフタレンのピーク面積及びサリチル酸メチルのピーク位置とジフェニルのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和(A)とサリチル酸メチルのピーク面積(A_s)の比 A/A_s は、比較液のナフタレンのピーク面積(A')とサリチル酸メチルのピーク面積(A'_s)の比 A'/A'_s を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して10%のポリエチレングリコール6,000

担体 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3~4 mm, 長さ2~3 mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 160~180°Cの間の一定温度

キャリアーガス及び流量 ~~窒素を用いる。サリチル酸メチルのピークが約5分後に現れるようにカラム温度及びキャリアーガスの流量を調整する。~~

流量 サリチル酸メチルのピークが約5分後に現れるように調整する。

定量法 本品約~~100mg~~0.1gを精密に量り, メタノールを加えて溶かし, ~~正確に~~正確に1,000mlとし, この液10mlを正確に量り, メタノールを加えて正確に200mlとする。~~そのこの~~液につき, メタノールを対照として波長248nmにおける吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

$$\text{ジフェニル (C}_{12}\text{H}_{10}) \text{の含量} = \frac{A}{1,118} \times \frac{20 \times 10,000}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

ジブチルヒドロキシトルエン

Butylated Hydroxytoluene

C₁₅H₂₄O

分子量 220.35

~~2,6-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol~~ ~~2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol~~ ~~〔128-37-0〕~~

性状 本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgに5-ニトロソ-8-ヒドロキシキノリン・硫酸溶液(1→100) 1~2滴を加えるとき, 溶けながら黄色を呈し, 次に赤褐色に変わる。

(2) 本品のエタノール溶液(1→30) 1mlに塩化第二鉄(III)溶液(1→500) 3~4滴を加えるとき, 呈色しない。この液にα, α'-ジピリジルの結晶を加えるとき, 液は, 赤色を呈する。ただし, ~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)溶液は, 空試験で呈色しないものを用いる。

純度試験 (1) 融点 69~72°C

(2) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, エタノール10ml)

(3) 硫酸塩 SO₄として0.019%以下

本品0.50gを量り, 水30mlを加え, ときどき振り混ぜながら水浴中で5分間加熱し, 冷後ろ過し, 試料液とする。比較液には0.005mol/l硫酸0.20mlを用いる。

(4) 重金属 Pbとして10 μg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

(6) パラクレゾール パラクレゾールとして0.10%以下

本品1.0gを量り, 水10ml及びアンモニア水1mlを加え, 時々振り混ぜながら水浴中で3分間加熱し, 冷後ろ過する。ろ紙上の残留物は, 少量の水で洗い, 洗液をろ液に合わせ, 水を加えて100mlとし, 検液試料液とする。~~検液試料液~~3.0mlを量り, ネスラー管に入れ, リンモリブデン酸・エタノール溶液(1→20)1ml及びアンモニア試液0.2mlを加えて振り混ぜ, 更に水を加えて50mlとして10分間放置するとき, その液の色は, パラクレゾール溶液(1→100,000)3.0mlを量り, 検液試料液と同様に操作して得た液の色より濃くない。

強熱残分 0.05%以下

ジベンゾイルチアミン

Dibenzoyl Thiamine

$C_{26}H_{26}N_4O_4S$

分子量 490.58

4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate

~~S-[2-[(4-amino-2-methyl-5-pyrimidinyl)formamino]-1-[2-(benzoyloxy)ethyl]-~~

~~=1-propenyl] benzothioate [299-88-7]~~

含量 本品を乾燥したものは, ジベンゾイルチアミン($C_{26}H_{26}N_4O_4S$)97.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の結晶性の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品~~20mg~~0.03gに塩酸(1→100)7mlを加え, 水浴中で加熱して溶かす。この液に塩酸ヒドロキシルアミン溶液(3→20)／水酸化ナトリウム溶液(3→20)混液(1:1)2mlを加え, 1分間振り混ぜた後, 塩酸0.8ml及び~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)溶液(1→10)0.5mlを加えるとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品5mgにメタノール1mlを加え, 加温して溶かし, 水2ml, 塩酸システイン溶液(1→100)2ml及びリン酸緩衝液(pH7)2mlを加えて振り混ぜ, 30分間放置する。この液に新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液(1→10)1ml, 水酸化ナトリウム溶液(1→50)5ml及び~~イソブチルアルコール~~2-メチル-1-プロパノール5mlを加え, 2分間強く振り混ぜ, 放置して液を2層に分離させ, 上方から紫外線を照射し, 照射の方向と直角の方向から上層液の上部を観察するとき, 青紫色の蛍光を認める。その蛍光は, 液を酸性にすると消え, アルカリ性にすると再び現われる。

純度試験 (1) 融点 163~174°C (分解)

(2) 塩化物 Clとして0.053%以下

本品0.40gを量り、メタノール20mlを加えて溶かし、硝酸（1→10）6ml及び水を加えて50mlとし、これを検液とする。比較液は、0.01mol/l塩酸0.60mlにメタノール20ml、硝酸（1→10）6ml及び水を加えて50mlとする。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下（1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml）

乾燥減量 3.0%以下（105℃, 2時間）

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、メタノール40ml及び塩酸（1→100）40mlを加えて溶かし、水を加えて正確に1,000mlとする。この液5mlを正確に量り、塩酸（1→100）を加えて正確に250mlとし、検液とする。検液につき、水を対照として波長237nmにおける吸光度Aを測定する。別に空試験を行い、その吸光度をA₀とし、次式により含量を求める。

ジベンゾイルチアミン（C₂₆H₂₆N₄O₄S）の含量

$$\begin{aligned} & (A - A_0) \times 0.4 \\ = & \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%) \\ & \text{試料の採取量 (g)} \times 0.452 \end{aligned}$$

ジベンゾイルチアミン塩酸塩

Dibenzoyl Thiamine Hydrochloride

C₂₆H₂₆N₄O₄S · HCl · 3H₂O

分子量 ~~581.09~~581.08

~~4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate monohydrochloride trihydrate~~

~~S-[2-[(4-amino-2-methyl-5-pyrimidinyl)formamino]-1-[2-(benzoyloxy)ethyl]-1-propenyl] benzoate monohydrochloride trihydrate [35660-60-7]~~

含量 本品を乾燥したものは、ジベンゾイルチアミン塩酸塩（C₂₆H₂₆N₄O₄S · HCl = 527.04）97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1)「ジベンゾイルチアミン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品0.1gにメタノール10mlを加えて溶かし、硝酸（1→10）1mlを加えた後、硝酸銀溶液（1→50）1mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品1.0gを量り、水10mlを加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下（1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml）

乾燥減量 11.0%以下（減圧, 24時間）

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、以下「ジベンゾイルチアミン」の定量法を準用し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ジベンゾイルチアミン塩酸塩 (C}_{26}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{の含量} \\ & \quad (A - A_0) \times 0.4 \\ & = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.421} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

シュウ酸

Oxalic Acid

C₂H₂O₄ · 2H₂O

分子量 126.07

Eethanedioic acid dihydrate ~~≒~~[6153-56-6, 2水和物]

含量 本品は、シュウ酸 (C₂H₂O₄ · 2H₂O) 99.5～101.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶で、においが無い。

確認試験 (1) 本品は、加熱するとき、昇華する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 1 mlに硫酸2滴を加え、これに過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mlを加えて加熱するとき、液の紅色は消える。

(3) 本品の水溶液 (1→10) をアンモニア試液でアルカリ性とし、塩化カルシウム溶液 (3→40) 1 mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品1.0gを量り、水20mlを加え、煮沸して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO₄として0.077%以下

本品1.0gを量り、水20ml及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 1 mlを加え、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱し、更に600～700℃に強熱する。この残留物に水10ml及び硝酸0.5mlを加えて煮沸し、更に塩酸2 mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。次にこの残留物に水を加えて100mlとし、ろ過し、ろ液25mlを量り、試料液とする。比較液は、0.005mol/l ~~≒~~[硫酸0.40mlに塩酸 (1→4) 1 ml及び水を加えて50mlとする。

(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

本品の強熱残分に塩酸1 ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固し、塩酸 (1→4) 1 ml及び水30mlを加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mlを加え、必要があればろ過し、更に水を加えて50mlとし、検液

とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下 (0.50g, 第 1 法, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下 (1.0g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、~~正確~~に 250 ml とする。この液 50 ml を正確に量り、硫酸 3 ml を加え、約 80°C に加温し、熱時 0.02mol/l の ~~過~~マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02mol/l の ~~過~~マンガン酸カリウム溶液 1 ml = 6.303mg $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$

臭素酸カリウム

Potassium Bromate

$KBrO_3$

分子量 167.00

~~Potassium bromate~~ ~~[7758-01-2]~~

含量 本品を乾燥したものは、臭素酸カリウム ($KBrO_3$) 99.0~101.0% を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び臭素酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 5.0g を量り、新たに煮沸し冷却した水 60 ml を加えて加温しながら溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、 0.01mol/l の水酸化ナトリウム溶液 1.2 ml を加えるとき、紅色を呈する。

(ii) 液が紅色ならば、 0.01mol/l の塩酸 0.40 ml を加えるとき、その色は消える。

(2) 臭化物 本品 2.0g を量り、水 40 ml を加えて溶かし、硫酸 (3 → 100) 0.25 ml を加え、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。更に振り混ぜるとき、液の色は直ちに消えない。

(3) 重金属 Pb として $10 \mu g/g$ 以下

本品 2.0g を量り、水 10 ml を加えて加温しながら溶かし、塩酸 10 ml を加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 20 ml を加えて溶かし、酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下

本品 0.50g を量り、水 5 ml を加えて加温しながら溶かし、塩酸 5 ml を加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 5 ml を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 0.50% 以下 (105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、200mlの共栓フラスコに入れ、水50ml、ヨウ化カリウム1.5g及び硫酸（1→5）10mlを加え、直ちに密栓し、暗所に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）。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 = ~~2.7833~~ 2.783mg K B r O₃

DL-酒石酸

DL-Tartaric Acid

*d*l-酒石酸

C₄H₆O₆

分子量 150.09

~~(R,R)~~ 2,3-Dihydroxybutanedioic acid ~~[133-37-9]~~

含量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸（C₄H₆O₆）99.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→10）は、旋光性がない。

(2) 本品の水溶液（1→10）は、酸性である。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 融点 200～206℃（分解）

(2) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下（0.50g、比較液 0.005mol/ℓ硫酸0.50ml）

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

本品の強熱残分に塩酸1ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）1ml及び水30mlを加えて溶かし、必要があればろ過する。この液にフェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとする。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下（0.50g、第1法、装置B）

(5) 易酸化物 本品1.0gを量り、水25ml及び硫酸（1→20）25mlを加えて溶かす。

この液を20℃に保ちながら0.02mol/ℓ過マンガン酸カリウム溶液4.0mlを加えるとき、液の紅色は3分以内に消えない。

乾燥減量 0.50%以下（3時間）

強熱残分 0.10%以下（2.0g）

定量法 本品を乾燥し、その約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かし、~~正確に~~250mlとし、この液25ml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2～3滴）。

0.1mol/≠L水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 7.504mg C₄H₆O₆

L-酒石酸

L-Tartaric Acid

d-酒石酸

C₄H₆O₆

分子量 150.09

(2R,3R)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid ~~—[87-69-4]—~~

含量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸 (C₄H₆O₆) 99.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の微細な結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 10) は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸」の確認試験(2)及び(3)を準用する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +11.5 \sim +13.5^\circ$

本品を乾燥し、その約10gを精密に量り、水を加えて溶かし、~~≠~~正確に50mlとし、測定する。

(2) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下

「DL-酒石酸」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

「DL-酒石酸」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

(5) シュウ酸塩 本品1.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩化カルシウム溶液(2 → 25) 2mlを加えるとき、濁らない。

乾燥減量 0.50%以下 (3時間)

強熱残分 0.10%以下 (2.0g)

定量法 「DL-酒石酸」の定量法を準用する。

0.1mol/≠L水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 7.504mg C₄H₆O₆

DL-酒石酸水素カリウム

Potassium DL-Bitartrate

dI-酒石酸水素カリウム

DL-重酒石酸カリウム

$C_4H_5KO_6$

分子量 188.18

Monopotassium monohydrogen (~~*R*^{*}, *R*^{*}~~)-2,3-dihydroxybutanedioate

含 量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸水素カリウム ($C_4H_5KO_6$) 99.0～101.0%を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品1gにアンモニア試液10mlを加えて溶かした液は、旋光性がない。

(2) 本品0.5gを徐々に加熱すると、ショ糖を焼くようなにおいを発して炭化する。

この残留物に水5mlを加えてよくかき混ぜた液は、アルカリ性である。この液に塩酸(1→4)を加えて中和した後、ろ過した液は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明(0.50g, アンモニア試液3.0ml)

(2) 硫酸塩 SO_4 として0.019%以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→4)2ml及び水30mlを加え、加熱して溶かし、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.005mol/l ~~DL~~硫酸0.20mlに塩酸(1→4)2ml及び水を加えて50mlとする。

(3) アンモニウム塩 本品0.50gを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

(4) 重金属 Pbとして20μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0μg/g以下

本品0.50gを量り、水10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 易酸化物 本品2.0gを量り、水20ml及び硫酸(1→20)30mlを加えて溶かし、これを20℃に保ち、0.02mol/l ~~DL~~過マンガン酸カリウム溶液4.0mlを加えるとき、液の紅色は3分以内に消えない。

乾燥減量 0.50%以下(105℃, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、熱湯20mlを加えて溶かし、熱時、0.1mol/l ~~DL~~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)。

0.1mol/l ~~DL~~水酸化ナトリウム溶液 1ml = ~~18.818~~ 18.82mg $C_4H_5KO_6$

L-酒石酸水素カリウム

Potassium L-Bitartrate

d-酒石酸水素カリウム

L-重酒石酸カリウム

C₄H₅KO₆

分子量 188.18

~~Monopotassium monohydrogen (2*R*,3*R*)-2,3-dihydroxybutanedioate [868-14-4]~~

含 量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸水素カリウム (C₄H₅KO₆) 99.0~101.0% を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品 1 g にアンモニア試液 10 ml を加えて溶かした液は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸水素カリウム」の確認試験 (2) 及び (3) を準用する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +32.5 \sim +35.5^\circ$

本品を乾燥し、その約 5 g を精密に量り、アンモニア試液 10 ml 及び水を加えて溶かし、正確に 50 ml とし、旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色，ほとんど澄明

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験 (1) を準用する。

(3) 硫酸塩 SO₄ として 0.019% 以下

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験 (2) を準用する。

(4) アンモニウム塩 「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験 (3) を準用する。

(5) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験 (4) を準用する。

(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験 (5) を準用する。

乾燥減量 0.50% 以下 (105℃, 3 時間)

定 量 法 「DL-酒石酸水素カリウム」の定量法を準用する。

0.1 mol / ~~1~~ L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~18.818~~ 18.82 mg C₄H₅KO₆

DL-酒石酸ナトリウム

Disodium DL-Tartrate

*d*l-酒石酸ナトリウム

$C_4H_4Na_2O_6$

分子量 194.05

Disodium ~~(R*,R*)~~(R*,S*)-2,3-dihydroxybutanedioate

含 量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸ナトリウム ($C_4H_4Na_2O_6$) 98.5%
以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、旋光性がない。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH7.0~9.0 (1.0g, 水20ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.019%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.40ml)

(4) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

(6) 易酸化物 本品2.0gを量り, 水20ml及び硫酸 (1→20) 30mlを加えて溶かし, 20℃
に保ちながら0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mlを加えるとき, 液の紅色
は3分以内に消えない。

乾燥減量 0.50%以下 (105℃, 4時間)

定 量 法 本品を乾燥し, その約0.2gを精密に量り, ギ酸3mlを加え, 加温して溶か
し, 非水滴定用酢酸50mlを加えた後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認
は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液1ml)
を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試
験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液1ml=9.703mg $C_4H_4Na_2O_6$

L-酒石酸ナトリウム

Disodium L-Tartrate

d-酒石酸ナトリウム

$C_4H_4Na_2O_6 \cdot 2H_2O$

分子量 230.08

Disodium (2*R*,3*R*)-2,3-dihydroxybutanedioate dihydrate [6106-24-7]

含 量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸ナトリウム ($C_4H_4Na_2O_6 = 194.05$) 98.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、右旋性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.5^\circ$ (5 g, 水, 50ml)

(2) 溶状 ほとんど澄明

「D L-酒石酸ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。

(3) 液性 pH7.0~9.0

「D L-酒石酸ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.019%以下

「D L-酒石酸ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。

(5) 重金属 Pbとして10 μ g/g 以下

「D L-酒石酸ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。

(6) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

「D L-酒石酸ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。

(7) シュウ酸塩 本品1.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩化カルシウム溶液 (2→25) 2 mlを加えるとき、濁らない。

乾燥減量 14.0~17.0% (150°C, 3時間)

定 量 法 「D L-酒石酸ナトリウム」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ml = 9.703mg $C_4H_4Na_2O_6$

硝酸カリウム

Potassium Nitrate

KNO_3

分子量 101.10

Potassium nitrate [7757-79-1]

含 量 本品を乾燥したものは、硝酸カリウム (KNO_3) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、塩味及び清涼味がある。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明 (1.0g, 水10ml)

(2) 塩化物 Clとして0.021%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30ml)

(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品0.50gを量り，水3mlを加えて溶かし，硫酸2mlを加え，白煙の発生するまで加熱し，更に少量の水を加えて溶かした後，白煙の発生するまで加熱する。冷後，水5mlを加えて溶かし，検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し，その約0.4gを精密に量り，500mlの丸底フラスコに入れ，水約300mlを加えて溶かし，デバルダ合金の粉末3g及び水酸化ナトリウム溶液(2→5)15mlを加え，直ちに，あらかじめシブキ止めと冷却器を付けて0.05mol/L硫酸50mlを正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に連結し，2時間放置する。その後，留液留分約250mlを得るまで蒸留し，過量の酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 メチルレッド・メチレンブルー混合試液3滴)。別に空試験を行う。

0.05mol/L硫酸1ml = ~~10.110~~ 10.11mg KNO₃

硝酸ナトリウム

Sodium Nitrate

NaNO₃

分子量 84.99

Sodium nitrate ~~[[7631-99-4]]~~

含量 本品を乾燥したものは，硝酸ナトリウム(NaNO₃)99.0%以上を含む。

性状 本品は，無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においがなく，わずかに塩味がある。

確認試験 本品は，ナトリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明

「硝酸カリウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) 塩化物 Clとして0.21%以下 (0.10g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.60ml)

(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

「硝酸カリウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

「硝酸カリウム」の純度試験(4)を準用する。

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 4時間)

定量法 「硝酸カリウム」の定量法を準用する。

0.05mol/L硫酸 1 ml = 8.499mg NaNO_3

植物タンニン

Vegetable Tannin

定義 本品は、タンニン(抽出物)のうち五倍子、タラ末又は没食子から得られた、タンニン及びタンニン酸を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、タンニン酸として96%以上を含む。

性状 本品は、黄白～淡褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味が極めて渋い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→20) 5 mlに~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)溶液(1→10) 2滴を加えるとき、液は、~~青みを帯びた黒色~~帯青黒色を呈し、放置するとき、沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→20) 5 mlずつにそれぞれアルブミン試液 1 滴、ゼラチン試液 1 滴又はデンプン試液 1 mlを加えるとき、それぞれ沈殿を生じる。

(3) 本品 1 gを水 100mlに溶かし、塩酸(1→2) 5 mlを加えて80～90℃で2時間加熱した後、検液とする。別に没食子酸 0.1gを水 100mlに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 5 μ lずつを量り、~~トルエン/ギ酸エチル/トルエン/ギ酸混液(4:5:5:4:1)~~を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行~~う~~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、紫外線(波長254nm付近)で観察するとき、Rf値が0.35付近にスポットを認め、紫外線下で青紫色の蛍光を発する。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(蛍光剤入り)を110℃で1時間乾燥したものを使用する。~~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、紫外線(波長254nm付近)で観察する。~~

(4) 本品 0.050 gを水 3 mlに溶かし、水酸化カルシウム試液 1 mlを加えよく振り混ぜるとき、液は、黄色又は赤色を呈さない。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第2法, 装置B)

(4) ガム質又はデキストリン

本品 3.0gを熱湯 15mlに溶かすとき、液は混濁してもわずかである。この液を冷却

してろ過し、ろ液 5 ml にエタノール 5 ml を加えるとき、液は混濁しない。

(5) 樹脂状物質

(4) のろ液 5 ml に水 10 ml を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 7.0% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱残分 1.0% 以下

定量法 本品 0.100g 及び没食子酸をそれぞれ 0.001g ずつを正確に量り、水/メタノール混液 (4 : 1) を加えてそれぞれ正確に 100ml とし、検液及び比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 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。没食子酸のピークが保持時間検液注入後 2.2~2.5 分に現れることを確認する。~~検液注入後、0~30 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、10~25 分に現れるすべてのピークをタンニン酸のピークとしてその面積百分率を求め、含量とする。検液のそれぞれ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含量を求める。~~

操作条件

検出器 ~~紫外吸収検出器~~ 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充てん剤 7 µm の ~~化学結合型オクタデシルシラン~~ 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 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相 A 0.1w/v% リン酸溶液 B 0.1w/v% リン酸含有メタノール

濃度勾配 A : B (80 : 20) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 30 分間行う。

~~流速~~ 流量 1.0ml/分

食用赤色 2 号

Food Red No. 2

アマランス

$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$

分子量 604.48

~~trisodium salt of 3-hydroxy-4-(4-sulfonaphthylazo)-2,7-naphthalenedisulfonic acid~~

Trisodium 3-hydroxy-4-[(4-sulfonatophthalene-1-yl)diazenyl]naphthalene-2,7-disulfonate ~~—[915-67-3]—~~

定義 本品は、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸をジアゾ化し、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウム~~3-ヒドロキシ-4-(4-スルホナフチルアゾ)-2,7-~~

~~ナフタレンジスルホン酸三ナトリウム塩 (C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃)~~を主成分とする。

含量 本品は、3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウム~~3-ヒドロキシ-4-(4-スルホナフチルアゾ)-2,7-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウム塩 (C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃)~~として85.0%以上を含む。

性状 本品は、赤褐～暗赤褐色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、帯紫赤色を呈する。

(2) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、紫色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、帯紫赤色を呈する。

(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 100mlを加えて溶かし、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて100mlとした液は、波長518～522nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (タール色素試験法)

(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム、及び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 総量として0.5%以下

本品~~100.0mg~~約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム及び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をそれぞれ~~10.0mg~~0.0100gずつを量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) を加えて溶かし、それぞれ正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム及び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の量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) , B アセトニトリル

濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後, A : B (100 : 0)から(70 : 30)までの直線濃度勾配を50分間行う。

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 α -ナフチルアミンとして1.0 μ g/g以下 (タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下 (135°C, 6時間)

定量法 本品約1.7gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に250mlとし, この液50mlを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の三塩化チタン法(i)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~15.112~~ 15.11mg $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$

食用赤色 2号アルミニウムレーキ

Food Red No.2 Aluminium Lake

アマランスアルミニウムレーキ

定義 本品は, アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ, これに食用赤色 2号を吸着させ, ろ過, 乾燥, 粉碎して得られたものである。

含量 本品は, 3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウム~~3-ヒドロキシ-4-(4-スルホナフチルアゾ)-2,7-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウム塩~~ ($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3=604.48$) として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 帯紫赤色の微細な粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mlを加え, 水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。冷後, 上澄液2~3滴を水5mlに加えるとき, 液は, 帯紫赤色を呈する。

(2) 本品0.1gに硫酸(1→20)5mlを加え, よくかき混ぜた後, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に, 測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように, この液1~10mlを量り, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとした液は, 波長518~522nmに極大吸収部がある。

(3) 本品0.1gに塩酸(1→4)10mlを加え, 水浴中で加熱して大部分を溶かし, 活性炭0.5gを加え, よく振り混ぜた後, ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和した液は, アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

- (2) 重金属 Pbとして20 μg/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))
 (3) バリウム Baとして500 μg/g以下 (タール色素レーキ試験法)
 (4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (タール色素レーキ試験法)
 (5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

定量法 0.1mol/L三塩化チタン溶液の消費量が約20mlとなるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~15.112~~ 15.11mg C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃

食用赤色3号

Food Red No.3

エリスロシン

C₂₀H₆I₄Na₂O₅·H₂O

分子量 ~~897.88~~ 97.87

~~disodium salt of 3',6'-dihydroxy-2',4',5',7'-tetraiodospiro [isobenzofuran-1(3H),9'-[9H] xanthene]-3-one, monohydrate~~

Disodium 2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate monohydrate

[16423-68-0, 無水物]

定義 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム 1 水和物~~3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5',7'-テトラヨードスピロ [イソベンゾフラン-1(3H), 9'-[9H] キサナンテン]-3-オン-二ナトリウム塩-1 水和物 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅·H₂O)~~を主成分とする。

含量 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム 1 水和物~~3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5',7'-テトラヨードスピロ [イソベンゾフラン-1(3H), 9'-[9H] キサナンテン]-3-オン-二ナトリウム塩-1 水和物 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅·H₂O)~~として85.0%以上を含む。

性状 本品は, 赤～褐色の粉末又は粒で, においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 1,000) は, 帯青赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 mlに塩酸 1 mlを加えるとき, 赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の硫酸溶液 (1 → 100) は, 褐黄色を呈し, この液 2 ~ 3 滴を水 5 mlに加えるとき, だいたい赤色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.1gに酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000) 500mlを加えて溶かし, この液 3 mlに酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000) を加えて200mlとした液は, 波長524~528nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 液性 pH6.5~10.0 (1.0g, 水100ml)

~~本品1.0gを量り、水100mlを加えて溶かした液について測定する。~~

(3) 塩化物及び硫酸塩 総量として2.0%以下 (タール色素試験法)

(4) ヨウ化物 0.4%以下 (タール色素試験法)

(5) 重金属 Znとして200 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))

Pbとして 20 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (タール色素試験法)

(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))

乾燥減量 12.0%以下 (135℃, 6時間)

定量法 本品約1gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mlとし、この液50mlを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の重量質量法により定量する。

食用赤色3号 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅·H₂O) の含量

沈殿の重量質量 (g) × 2.148

= _____ × 100 (%)

試料の採取量 (g)

食用赤色3号アルミニウムレーキ

Food Red No.3 Aluminium Lake

エリスロシンアルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに食用赤色3号を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキシ-3H-キサンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム1水和物~~3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5',7'-テトラヨードスピロ[イソベンゾフラン-1(3H),9'-[9H]キサンテン]-2-オン-二ナトリウム塩~~水和物 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅·H₂O ≒ 897.87) として10.0%以上を含む。

性状 本品は、赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mlを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、淡褐だいたい色を呈する。冷後、上澄液2~3滴を水5mlに加えるとき、液は、だいたい赤色の沈殿が生じる。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mlを加え、水浴上で加熱して溶かし、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液0.5

～5 mlを量り，酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）を加えて100mlとした液は，波長524～528nmに極大吸収部がある。

(3) 本品0.1gに塩酸（1→4）10mlを加え，水浴中で加熱して大部分を溶かし，活性炭0.5gを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液（1→10）を加えて中和した液は，アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下（タール色素レーキ試験法）

(2) ヨウ化物 0.2%以下（タール色素レーキ試験法）

(3) 重金属 Znとして50 μ g/g以下（タール色素レーキ試験法，重金属(1)）

Pbとして20 μ g/g以下（タール色素レーキ試験法，重金属(3)）

(4) バリウム Baとして500 μ g/g以下（タール色素レーキ試験法）

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下（タール色素レーキ試験法）

(6) 他の色素レーキ（タール色素レーキ試験法，他の色素レーキ(2)）

乾燥減量 30.0%以下（135℃，6時間）

定量法 本品約0.1gを精密に量り，100mlのビーカーに入れ，水酸化ナトリウム溶液（1→250）50mlを加えて溶かし，500mlのメスフラスコに移す。次に酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）でビーカーを洗い，洗液をメスフラスコに合わせ，酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）を加えて正確に500mlとし，試料液とする。次に，測定する吸光度が0.2～0.7の範囲になるように試料液10～20mlの一定量を正確に量り，酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）を加えて正確に200mlとし，検液とする。検液の波長526nmにおける吸光度Aを測定し，次式により含量を求める。

食用赤色3号（ $C_{20}H_6I_4Na_2O_5 \cdot H_2O$ ）の含量

$$= \frac{A \times 100.1}{0.111 \times S \times \text{試料の摂取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

ただし，S：検液の調製に用いた試料液のml数

食用赤色40号

Food Red No. 40

アルラレッドAC

$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$

分子量 ~~496.43~~496.42

~~disodium salt of~~

~~6-hydroxy-5-(2-methoxy-5-methyl-4-sulfophenylazo)-2-naphthalenesulfonic acid~~

Disodium

6-hydroxy-5-[(2-methoxy-5-methyl-4-sulfonatophenyl)diazenyl]naphthalene-2-sulfonate

~~〔[25956-17-6]〕~~

定 義 本品は、4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、6-ヒドロキシ-5-[(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム~~6-ヒドロキシ-5-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩~~~~($C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$)~~を主成分とする。

含 量 本品は、6-ヒドロキシ-5-[(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム~~6-ヒドロキシ-5-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩~~~~($C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$)~~として85.0%以上を含む。

性 状 本品は、暗赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000)は、赤色を呈する。

(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、暗赤紫色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、赤色を呈する。

(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)100mlを加えて溶かし、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとした液は、波長497～501nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下(タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下(タール色素試験法)

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下(タール色素試験法, 重金属(5))

(4) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下

(3)の試料液10mlを量り、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸(1→4)を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法で試験を行う。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下(タール色素試験法)

(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下

本品~~10.0mg~~約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えて

溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素~~10.0mg~~をそれぞれ0.0100gずつを量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7→1,000）を加えて溶かし、それぞれ正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法（副成色素）により、検液のクレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素の量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 515nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液（7.7 → 1,000）, B メタノール

濃度勾配 A : B（100 : 0）から（0 : 100）までの直線濃度勾配を50分間行う。

(7) 高スルホン化副成色素 1.0%以下

(6)の検液20μlを量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素をそれぞれ~~10.0mg~~0.0100gずつを量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7→1,000）を加えて溶かし、それぞれ正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法（副成色素）により、(6)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液のクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素の量を求め、その合計値を求める。

(8) 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム 0.3%以下

(6)の検液20μlを量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム~~10.0mg~~0.0100gを量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7→1,000）を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法（未反応原料及び反応中間体）により、検液の6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウムの量を求める。

操作条件

~~検出器—紫外部吸収検出器—（測定波長 290nm）—~~

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液（7.7→1,000）, B メタノール

濃度勾配 A : B（100 : 0）から（0 : 100）までの直線濃度勾配を50分間行う。

(9) 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下

(6)の検液20μlを量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸~~10.0mg~~0.0100gを量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7→1,000）を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法（未反応原料及び反応中間体）により、(8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

(10) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 1.0%以下

(6)の検液20 μ lを量り，検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム~~10.0mg~~0.0100gを量り，酢酸アンモニウム溶液(7.7 \rightarrow 1,000)を加えて溶かし，正確に100mlとし，標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により，(8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，検液の6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウムの量を求める。

(11) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下，*p*-クレジジンとして10 μ g/g以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135 $^{\circ}$ C，6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り，水を加えて溶かして正確に250mlとし，この液50mlを正確に量り，検液とし，タール色素試験法中の定量法の三塩化チタン法(i)により定量する。

0.1mol/~~L~~三塩化チタン溶液 1 ml = ~~12.41~~12.41mg C₁₈H₁₄N₂Na₂O₈S₂

食用赤色40号アルミニウムレーキ

Food Red No. 40 Aluminium Lake

アルラレッドACアルミニウムレーキ

定義 本品は，アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ，これに食用赤色40号を吸着させ，ろ過，乾燥，粉碎して得られたものである。

含量 本品は，6-ヒドロキシ-5-[(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム~~6-ヒドロキシ-5-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩~~(C₁₈H₁₄N₂Na₂O₈S₂=496.42)として10.0%以上を含む。

性状 本品は，だいたい赤色の微細な粉末で，においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mlを加え，水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき，液は，暗紫赤色を呈する。冷後，上澄液2~3滴を水5mlに加えるとき，液は，赤色を呈する。

(2) 本品0.1gを量り，アンモニア水(4 \rightarrow 100)60mlを加え，沸騰するまで加熱し，約40mlとした後，放冷して遠心分離する。その上澄液を採り，残留物に水10mlを加えてよく混和し，再度遠心分離する。両上澄液にを合わせ，酢酸アンモニウム溶液(7.7 \rightarrow 1,000)を加えて~~それぞれ~~100mlとする。次に，測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように，この液1~10mlを量り，酢酸アンモニウム溶液(7.7 \rightarrow 1,000)を加えて100mlとした液は，波長497~501nmに極大吸収部がある。

(3) 本品0.1gに塩酸(1 \rightarrow 4)10mlを加え，水浴中で加熱して大部分を溶かし，活性

炭0.5gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下(タール色素レーキ試験法)

(2) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下(タール色素レーキ試験法, 重金属(3))

(3) 鉛 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

(2)の試料液10mlを量り、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸(1→4)を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) バリウム Baとして $500\mu\text{g/g}$ 以下(タール色素レーキ試験法)

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下(タール色素レーキ試験法)

(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下(含量85.0%として)

本品0.10gを量り、アンモニア水(4→100)60mlを加え、沸騰するまで加熱し、約40mlとした後、放冷して遠心分離する。その上澄液を採とり、残留物にメタノール10mlを加えて、よく混和し、再度遠心分離する。両上澄液にを合わせ、酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えてそれぞれ正確に100mlとし、これを検液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(6)を準用する。

(7) 高スルホン化副成色素 1.0%以下(含量85.0%として)

(6)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、検液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(7)を準用する。

(8) 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩 0.3%以下(含量85.0%として)

(6)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、検液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(8)を準用する。

(9) 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下(含量85.0%として)

(6)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、検液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(9)を準用する。

(10) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム塩 1.0%以下(含量85.0%として)

(6)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、検液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(10)を準用する。

(11) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下(含量85.0%として)

タール色素として本品0.85gを量り、酢酸エチル70mlを加え、時々振り混ぜながら1時間放置した後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を酢酸エチル10mlずつで3回洗い、洗液を先のろ液に加える。このろ液を、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50mlとし、試料液とする。以下「食用赤色40号」の純度試験(11)を準用する。

乾燥減量 30.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 0.1mol/l の三塩化チタン溶液の消費量が約20mlとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/4L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~12.411~~ 12.41mg $C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$

食用赤色102号

Food Red No. 102

ニューコクシン

$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$

分子量 ~~631.51~~ 631.50

~~trisodium salt of 7-hydroxy-8-(4-sulfonaphthylazo)-1,3-naphthalenedisulfonic acid, sesquihydrate~~

Trisodium 7-hydroxy-8-[(4-sulfonatophthalene-1-yl)diazenyl]naphthalene-1,3-disulfonate sesquihydrate [2611-82-7, 無水物]

定 義 本品は、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸をジアゾ化し、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものである。7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム~~7-ヒドロキシ-8-(4-スルホナフチルアゾ)-1,3-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウム塩~~= 1 1/2水和物~~($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$)~~を主成分とする。

含 量 本品は、7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム~~7-ヒドロキシ-8-(4-スルホナフチルアゾ)-1,3-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウム塩~~= 1 1/2水和物~~($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$)~~として85.0%以上を含む。

性 状 本品は、赤～暗赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 1,000) は、赤色を呈する。

(2) 本品の硫酸溶液 (1 → 100) は、紫赤色を呈し、この液 2～3 滴を水 5 ml に加えるとき、液は、黄赤色を呈する。

(3) 本品 0.1g に酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000) 100ml を加えて溶かし、この液 1 ml に酢酸アンモニウム溶液 (3 → 2,000) を加えて 100ml とした液は、波長 506～510 nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20% 以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 8.0% 以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属 (5))

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 μg/g 以下 (タール色素試験法)

(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素 (1))

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム,

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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム、及び 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
総量として0.5%以下

本品~~100mg~~約0.1gを精密に量り, 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加えて溶かし正確に100mlとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-1-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム及び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をそれぞれ~~10.0mg~~0.0100gずつを量り, 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加えて溶かし, それぞれ正確に100mlとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により, 検液の4-アミノ-1-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム及び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の量を求め, その合計値を求める。

測定条件 操作条件

測定波長 238nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後, A:B(100:0)から(70:30)までの直線濃度勾配を50分間行う。

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 α -ナフチルアミンとして $1.0 \mu\text{g/g}$ 以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.7gを精密に量り, 水を加えて溶かして正確に250mlとし, この液50mlを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の三塩化チタン法(~~I-i~~)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~15.788~~ 15.79mg $\text{C}_{20}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{Na}_3\text{O}_{10}\text{S}_3 \cdot 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

食用赤色104号

Food Red No. 104

フロシキキシン

$C_{20}H_2Br_4Cl_4Na_2O_5$

分子量 ~~829.64~~829.63

~~disodium salt of 3',6'-dihydroxy-2',4',5',7'-tetrabromo-4,5,6,7-tetrachloro-~~
~~spiro [isobenzofuran-1(3H), 9'-[9H]xanthene]-3-one~~

Disodium

3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetrabromo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate

[18472-87-2]

定 義 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブromo-6-オキシド-3-
オキシノ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム~~3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5~~
~~' ,7'-テトラブromo-4,5,6,7-テトラクロロスピロ [イソベンゾフラン-1(3H), 9'~~
~~-[9H]キサナンテン]-3-オン-二ナトリウム塩 (C₂₀H₂Br₄Cl₄Na₂O₅)~~を
主成分とする。

含 量 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブromo-6-オキシド-3-
オキシノ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム~~3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5~~
~~' ,7'-テトラブromo-4,5,6,7-テトラクロロスピロ [イソベンゾフラン-1(3H), 9'~~
~~-[9H]キサナンテン]-3-オン-二ナトリウム塩 (C₂₀H₂Br₄Cl₄Na₂O₅)~~と
して85.0%以上を含む。

性 状 本品は、赤～暗赤褐色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000)は、だいたい赤色を呈し、緑黄色の蛍光を
発する。

(2) 本品の水溶液(1→1,000) 5 mlに塩酸 1 mlを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、
蛍光は消える。

(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は、帯褐黄色を呈し、蛍光は発せず、この液2～3
滴を水 5 mlに加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、蛍光は発しない。

(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000) 200mlを加えて溶かし、この液
1 mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとした液は、波長536～540
nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下(タール色素試験法)

(2) 液性 pH 6.5～10.0(1.0g, 水100ml)

~~本品1.0gを量り、水100mlを加えて溶かした液について測定する。~~

(3) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下(タール色素試験法)

(4) 臭化物 1.0%以下(タール色素試験法)

(5) 重金属 Znとして200 μg/g以下(タール色素試験法, 重金属(1))

Pbとして20 μ g/g以下（タール色素試験法，重金属(5)）

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下（タール色素試験法）

(7) 他の色素（タール色素試験法，他の色素(2)）

乾燥減量 10.0%以下（135℃，6時間）

定量法 本品約1gを精密に量り，水を加えて溶かして正確に100mlとし，この液50mlを正確に量り，検液とし，タール色素試験法中の定量法の~~重量質量法~~により定量する。

食用赤色104号（C₂₀H₂Br₄Cl₄Na₂O₅）の含量

沈殿の~~重量質量~~（g）×2.112

$$= \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

試料の採取量（g）

食用赤色105号

Food Red No. 105

ローズベンガル

C₂₀H₂Cl₄I₄Na₂O₅

分子量 1017.64

~~disodium salt of 4,5,6,7-tetrachloro-3',6'-dihydroxy-2',4',5',7'-tetraiodo-
spiro [isobenzofuran-1(3H), 9'-[9H] xanthene]-3-one~~

Disodium 3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate
[632-69-9]

定義 本品は，3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム~~4,5,6,7-テトラクロロ-3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5',7'-テトラヨードスピロ[イソベンゾフラン-1(3H), 9'-[9H]キサナンテン]-3-オン=二ナトリウム塩 (C₂₀H₂Cl₄I₄Na₂O₅)~~を主成分とする。

含量 本品は，3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル安息香酸二ナトリウム~~4,5,6,7-テトラクロロ-3',6'-ジヒドロキシ-2',4',5',7'-テトラヨードスピロ[イソベンゾフラン-1(3H), 9'-[9H]キサナンテン]-3-オン=二ナトリウム塩 (C₂₀H₂Cl₄I₄Na₂O₅)~~として85.0%以上を含む。

性状 本品は，帯紫赤～赤褐色の粉末又は粒で，においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→1,000）は，帯青赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→1,000）5mlに塩酸1mlを加えるとき，帯青赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の硫酸溶液（1→100）は、褐黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、帯青赤色の沈殿を生じる。

(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）200mlを加えて溶かし、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）を加えて100mlとした液は、波長546～550nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下（タール色素試験法）

(2) 液性 pH6.5～10.0（1.0g, 水100ml）

~~本品1.0gを量り、水100mlを加えて溶かした液について測定する。~~

(3) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下（タール色素試験法）

(4) ヨウ化物 0.4%以下（タール色素試験法）

(5) 重金属 Znとして200μg/g以下（タール色素試験法, 重金属(1)）

Pbとして20μg/g以下（タール色素試験法, 重金属(5)）

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下（タール色素試験法）

(7) 他の色素（タール色素試験法, 他の色素(2)）

乾燥減量 10.0%以下（135℃, 6時間）

定量法 本品約1gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mlとし、この液50mlを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~重量質量法~~により定量する。

食用赤色105号（C₂₀H₂Cl₄I₄Na₂O₅）の含量

沈殿の~~重量質量~~ (g) × 2.090

＝————— × 100 (%)

試料の採取量 (g)

食用赤色106号

Food Red No. 106

アシッドレッド

C₂₇H₂₉N₂NaO₇S₂

分子量 ~~580.66~~580.65

~~sodium salt of 3',6'-bis(diethylamino)spiro [3H-2,1-benzoxathiol-1,1-dioxide-3,9'-[9H]-xanthone]-6-sulfonic acid~~

Monosodium 6-[3,6-bis(diethylamino)xanthenium-9-yl]benzene-1,3-disulfonate

[3520-42-1]

定義 本品は、6-[3,6-ビス(ジエチルアミノ)キサランテニウム-9-イル]ベンゼン-1,3-ジスルホン酸一ナトリウム~~3',6'-ビス(ジエチルアミノ)スピロ [3H-2,1-ベン~~

~~ジキサチオール-1,1-ジオキシド-3,9'-[9H]キサンテン]-6-スルホン酸~~ナトリウム塩 ($C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$) を主成分とする。

含量 本品は、~~6-[3,6-ビス(ジエチルアミノ)キサンテニウム-9-イル]ベンゼン-1,3-ジスルホン酸~~ナトリウム~~3',6'-ビス(ジエチルアミノ)スピロ [3H-2,1-ベンジ~~~~キサチオール-1,1-ジオキシド-3,9'-[9H]キサンテン]-6-スルホン酸~~ナトリウム塩 ($C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$) として85.0%以上を含む。

性状 本品は、紫褐色粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、帯青赤色を呈し、淡黄色の蛍光を発する。

(2) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mlに塩酸 1 mlを加えるとき、液は、赤色に変わり、蛍光色は変わらない。

(3) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、だいたい黄色を呈し、緑黄色の蛍光を発し、この液 2～3 滴を水 5 mlに加えるとき、液は、帯青赤色を呈し、わずかに緑黄色の蛍光を発する。

(4) 本品 0.1gに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 500mlを加えて溶かし、この液 3 mlに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて200mlとした液は、波長564～568 nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 液性 pH6.5～10.0 (1.0g, 水100ml)

~~本品1.0gを量り、水100mlを加えて溶かした液について測定する。~~

(3) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

(4) 重金属 Crとして25 μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(2))

Mnとして50 μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(4))

Pbとして20 μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

ただし、クロムの試験の場合、試料液及び空試験液は、それぞれ10.0mlずつを用いる。

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (タール色素試験法)

(6) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(3))

乾燥減量 10.0%以下 (135℃, 6時間)

定量法 本品約 3 gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mlとし、この液 50 mlを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の三塩化チタン法(~~IV~~iv)により定量する。

0.1mol/~~4L~~三塩化チタン溶液 1ml = ~~29.033~~ 29.03mg C₂₇H₂₉N₂NaO₇S₂

食用黄色4号

Food Yellow No.4

タートラジン

$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

分子量 534.37

~~trisodium salt of 5-hydroxy-1-(4-sulfophenyl)-4-(4-sulfophenylazo)-3-pyrazol~~
~~ecarboxylic acid~~

Trisodium 5-hydroxy-1-(4-sulfonatophenyl)-4-[(4-sulfonatophenyl)diazenyl]-1H-pyrazole-
3-carboxylate ~~—[1934-21-0]—~~

定 義 本品は、4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、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とカップリングさせ、塩析、精製して得られたものであり、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム~~5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-4-(4-スルホフェニルアゾ)-3-ピラゾールカルボン酸~~~~三ナトリウム塩~~ ($C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$) を主成分とする。

含 量 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム~~5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-4-(4-スルホフェニルアゾ)-3-ピラゾールカルボン酸~~~~三ナトリウム塩~~ ($C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$) として85.0%以上を含む。

性 状 本品は、だいたい黄～だいたい色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、黄色を呈する。

(2) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、黄色を呈する。

(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 100mlを加えて溶かし、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて100mlとした液は、波長426～430nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として6.0%以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.0μg/g以下 (タール色素試験法)

(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 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, 4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約100.0mg約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) を加えて溶かし正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥

した4-アミノベンゼンスルホン酸、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、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)=ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムをそれぞれ~~10.0mg~~0.0100gずつを量り、4,4'-(ジアゾアミノ)=ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムは水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)を加えて溶かし、他は酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加えて溶かし、それぞれ正確に100mlとし、標準原液とする。ただし、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸の標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により検液の4-アミノベンゼンスルホン酸、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、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)=ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。
測定条件操作条件

測定波長 4-アミノベンゼンスルホン酸 254nm

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 254nm

4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸 254nm

4,4'-(ジアゾアミノ)=ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム塩 358nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後、A:B(100:0)から(70:30)までの直線濃度勾配を50分間行う。

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mlとし、この液50mlを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の三塩化チタン法(~~iii~~iii)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1ml = ~~13.359~~13.36mg $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

食用黄色4号アルミニウムレーキ

Food Yellow No.4 Aluminium Lake

タートラジンアルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに食用黄色4号を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム~~5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-4-(4-スルホフェニルアゾ)-3-ピラゾールカルボン酸二ナトリウム~~

~~ウム塩~~ ($C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2=534.37$) として10.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mlを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、黄色を呈する。冷後、上澄液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、黄色を呈する。

(2) 本品0.1gに硫酸(1→20)5mlを加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2～0.7の範囲になるように、この液1～10mlを量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて100mlとした液は、波長426～430nmに極大吸収部がある。

(3) 本品0.1gに塩酸(1→4)10mlを加え、水浴中で加熱して大部分を溶かし、活性炭0.5gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下(タール色素レーキ試験法)

(2) 重金属 Pbとして $20\mu g/g$ 以下(タール色素レーキ試験法, 重金属(3))

(3) バリウム Baとして $500\mu g/g$ 以下(タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu g/g$ 以下(タール色素レーキ試験法)

(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))

乾燥減量 30.0%以下(135℃, 6時間)

定量法 0.1mol/L三塩化チタン溶液の消費量が約20mlとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(3)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液1ml = ~~13.359~~ 13.36mg $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

食用黄色5号

Food Yellow No.5

サンセットイエローFCF

$C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

分子量 ~~452.38~~ 452.37

~~disodium salt of 6-hydroxy-5-(4-sulfophenylazo)-2-naphthalenesulfonic acid~~

Disodium 6-hydroxy-5-[(4-sulfonatophenyl)diazonyl]naphthalene-2-sulfonate

~~〔2783-94-0〕~~

定 義 本品は、4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、6-ヒドロキシ-2-ナフトレンスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフトレン-2-スルホン酸二ナトリウム~~6-ヒドロキシ-5-(4-スルホフェニルアゾ)-2-ナフトレンスルホン酸二~~

~~ナトリウム塩 (C₁₆H₁₀N₂Na₂O₇S₂)~~を主成分とする。

含 量 本品は、6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム~~6-ヒドロキシ-5-(4-スルホフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩 (C₁₆H₁₀N₂Na₂O₇S₂)~~として85.0%以上を含む。

性 状 本品は、だいたい赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、だいたい色を呈する。

(2) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、だいたい赤色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、だいたい黄色を呈する。

(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 100mlを加えて溶かし、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて100mlとした液は、波長480～484nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (タール色素試験法)

(5) 副成色素 スルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素 総量として5%以下。ただし、スルファニル酸アゾR塩以外の色素は2%以下

本品~~100mg~~約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000, pH8.0) を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素をそれぞれ~~10.0mg~~0.0100gずつを量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000, pH8.0) を加えて溶かしてそれぞれ正確に100mlとし、標準溶原液とする。以下タール色素試験法 (副成色素) により、検液のスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素の量を求め、その合計値を求める。

操作条件

~~検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 482nm)~~

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A : B (100 : 0) から (60 : 40) までの直線濃度勾配を50分間行う。

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 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, 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, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム, 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 及び 4,4'-(ジアゾアミノ)ジベ