

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 $C_8H_{14}O_2$

酢酸シトロネリル

Citronellyl Acetate

$C_{12}H_{22}O_2$ 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 ($C_{12}H_{22}O_2$) 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 $n_D^{20} = 1.443 \sim 1.451$

- (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 $C_{12}H_{22}O_2$

酢酸シンナミル

Cinnamyl Acetate

$C_{11}H_{12}O_2$ 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 ($C_{11}H_{12}O_2$) 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 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 $n_D^{20} = 1.539 \sim 1.543$

- (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~~ 0.050g 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。~~

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/L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 μg/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 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1 m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 C₇H₄NNaO₃

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 1g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~~放置し、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~~ 7.984 mg 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~~ 3.545 mg 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。

$$\begin{aligned} & \beta\text{-シクロデキストリン (C}_{42}\text{H}_{70}\text{O}_{35}) \text{の含量} \\ & \text{検液中の}\beta\text{-シクロデキストリンの量 (g)} \\ & = \frac{\hspace{10em}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

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1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5ml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)

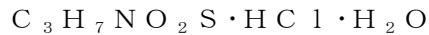
強熱残分 0.10% 以下

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、温度を徐々に降下させる。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-methyl-phenol~~ ~~[[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

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

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

$\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量 126.07

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

含量 本品は、シュウ酸 ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 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 SO_4 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 $80^\circ C$ に加温し、熱時 $0.02 mol/l$ の過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

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

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、 $0.01 mol/l$ 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、 $0.01 mol/l$ 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 ($105^\circ C$, 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

(2*R*,3*R*)-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

$C_4H_5KO_6$

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 ($C_4H_5KO_6$) 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 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 SO_4 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 $20 \mu g/g$ 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 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 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°C, 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 $C_4H_5KO_6$

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)~~~~(S,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) 2mlを加えるとき、濁らない。

乾燥減量 14.0～17.0% (150℃, 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 100 ml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 0.1 gを水 100 ml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 3.0 gを熱湯 15 ml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℃, 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 ~~紫外線吸収検出器~~ 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 μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))

Pbとして 20 μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/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20μg/g以下(タール色素試験法, 重金属(5))

(4) 鉛 Pbとして10μg/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4.0μg/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*-クレシジンとして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/4三塩化チタン溶液 1 ml = ~~12.411~~ 12.41mg C₁₈H₁₄N₂Na₂O₈S₂

食用赤色102号

Food Red No. 102

ニューコクシン

C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃ · 1 1/2H₂O 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 (C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃ · 1 1/2H₂O)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 (C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃ · 1 1/2H₂O)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 As₂O₃ 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 µg/g以下（タール色素試験法，重金属(5)）

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 µg/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

=————— ×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20 μ g/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 μ g/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 1 ml = ~~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 $20\mu\text{g/g}$ 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 $500\mu\text{g/g}$ 以下(タール色素レーキ試験法)

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

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~~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, pH8.0)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。

操作条件

測定波長 4-アミノベンゼンスルホン酸 232nm,~~—~~

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 232nm

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 232nm

6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム 232nm

6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 232nm

4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 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 : B（100 : 0）から（60 : 40）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℃，6時間）

定量法 本品約1.3g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 = ~~11.309~~11.31mg $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

食用黄色 5 号アルミニウムレーキ

Food Yellow No.5 Aluminium Lake

サンセットイエローFCF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 5 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-[(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~~($C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2=452.37$)として10.0%以上を含む。

性 状 本品は、だいたい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 5 ml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、だいたい赤色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5 mlに加えるとき液は、だいたい黄色を呈する。

(2) 本品0.1gに硫酸 (1→20) 5 ml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480～484nm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 $20\mu\text{g/g}$ 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 $500\mu\text{g/g}$ 以下 (タール色素レーキ試験法)

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

(5) 副成色素 スルファニルアゾ 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 (含量85.0%として)。ただし、スルファニルアゾ R 塩色素以外の色素は 2%以下 (含量85.0%として)

本品約0.1gを精密に量り、アンモニア水 (4→100) 60mlを加え、沸騰するまで加熱し、約40mlに濃縮した後、放冷して遠心分離する。その上澄液を採とり、残留物に水10mlを加えてよく混和し、再度遠心分離する。両上澄液を合わせ、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「食用黄色 5 号」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 30.0%以下 (135℃, 6 時間)

定量法 0.1mol/4L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 = ~~44.309~~ 11.31mg C₁₆H₁₀N₂Na₂O₇S₂

食用緑色 3号

Food Green No. 3

ファストグリーンFCF

C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃

分子量 ~~808.86~~ 808.85

~~disodium 2-[bis[4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl]methyl]-5-hydroxybenzene-sulfonate~~

Disodium 2-(bis{4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl}methyl)-5-hydroxybenzenesulfonate ~~-[2353-45-9]~~

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-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)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム ~~二ナトリウム-2-[ビス[4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル]メチリオ]-5-ヒドロキシベンゼンスルホナート (C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃)~~ を主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-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)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム ~~二ナトリウム-2-[ビス[4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル]メチリオ]-5-ヒドロキシベンゼンスルホナート (C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃)~~ として85.0%以上を含む。

性状 本品は、金属光沢があり、暗緑色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→2,000)は、青緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→1,000) 5 mlに塩酸 1 mlを加えるとき、液は、褐色に変わる。

(3) 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、青紫色に変わる。

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

(5) 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622～626nm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 Crとして50 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))

(4) ヒ素 As₂O₃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(4))

乾燥減量 10.0%以下 (135℃, 6時間)

定量法 本品約4.7g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(ii)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = 40.44mg C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃

食用緑色3号アルミニウムレーキ

Food Green No.3 Aluminium Lake

ファストグリーンFCF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, これに食用緑色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-(ビス{4-[N-エチル-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)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム~~二ナトリウム~~2-[ビス[4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル]メチリオ]-5-ヒドロキシベンゼンスルホナート (C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃=808.85) として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 暗緑青色の微細な粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに塩酸(1→4) 5mlを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 暗緑色を呈する。冷後, アンモニア試液を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。

(2) 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, 緑色を呈する。

(3) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 5mlを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 紫赤色を呈する。冷後, 塩酸(1→4)を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。

(4) 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200ml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622～626nmに極大吸収部がある。

(5) 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(3)）

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(2)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~40.440~~ 40.44mg C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃

食用青色1号

Food Blue No.1

ブリリアントブルーFCF

C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃

分子量 ~~792.86~~792.85

~~disodium 2-[bis[4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl]methyl]benzenesulfonate~~

Disodium

2-(bis{4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl}methyliumyl)benzenesulfonate

~~=[3844-45-9]~~

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-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~~二ナトリウム~~=2-[ビス[4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル]メチリオ]ベンゼンスルホナート~~(C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)~~を主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-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~~二ナトリウム~~=2-[ビス[4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル]メチリオ]ベンゼンスルホナート~~(C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)~~として85.0%以上を含む。

性状 本品は、金属光沢があり、帯赤紫色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 2,000) は、青色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 ml に塩酸 1 ml を加えるとき、液は、暗黄緑色に変わる。

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

(4) 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 ml に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 5 ml を加えて水浴中で加熱するとき、液は、紫赤色に変わる。

(5) 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 628 ~ 632 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 4.0% 以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Cr として 50 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))

(4) ヒ素 As₂O₃ 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(4))

乾燥減量 10.0% 以下 (135°C, 6 時間)

定量法 本品約 4.8g 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(ii)により定量する。

0.1mol/L 三塩化チタン溶液 1 ml = ~~39.643~~ 39.64mg C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃

食用青色 1 号アルミニウムレーキ

Food Blue No.1 Aluminium Lake

ブリリアントブルーFCF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、これに食用青色 1 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-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリオ)ベンゼンスルホン酸二ナトリウム~~ニナトリウム~~=2-[ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリオ]ベンゼンスルホナト (C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃ = 792.85) として 10.0% 以上を含む。

性状 本品は、青色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに塩酸(1→4) 5 mlを加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき、ほとんど澄明に溶け、液は、緑～暗緑色を呈する。冷後、アンモニア試液を加えて中和するとき、液は、青色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。

(2) 本品0.1gに硫酸5 ml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、暗黄～暗灰褐色を呈する。冷後、上澄液2～3滴を水5 mlに加えるとき、液は、青～青緑色を呈する。

(3) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 5 mlを加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき、ほとんど澄明に溶けて、液は、紫赤～赤紫色を呈する。冷後、塩酸(1→4)を加えて中和するとき、液は、青～赤紫色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。

(4) 本品0.1gに硫酸(1→20) 5 ml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200ml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628～632nmに極大吸収部がある。

(5) 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 $20 \mu\text{g/g}$ 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 $500 \mu\text{g/g}$ 以下(タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 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(3))

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(2)により定量する。

0.1mol/L三塩化チタン溶液 1 ml = ~~39.643~~ 39.64mg $\text{C}_{37}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_9\text{S}_3$

食用青色2号

Food Blue No.2

インジゴカルミン

$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

分子量 ~~466.36~~466.35

~~disodium salt of 3,3'-dioxo-2,2'-biindolinylidene-5,5'-disulfonic acid~~

Disodium 2,2'-bi(3-oxo-1*H*-indolin-2-ylidene)-5,5'-disulfonate ~~[860-22-0]~~

定義 本品は、2,2'-ビ(3-オキシ-1*H*-インドリン-2-イリデン)-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム~~2,3'-ジオキシ-2,2'-ビインドリニリデン-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム塩~~ ($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$) を主成分とする。

含量 本品は、2,2'-ビ(3-オキシ-1*H*-インドリン-2-イリデン)-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム~~2,3'-ジオキシ-2,2'-ビインドリニリデン-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム塩~~ ($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$) として85.0%以上を含む。

性状 本品は、暗紫青～暗紫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→2,000) は、紫青色を呈する。

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

(3) 本品の水溶液 (1→1,000) 5mlに水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1mlを加えるとき、液は、黄緑色に変わる。

(4) 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610～614nm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7.0%以下 (タール色素試験法)

(3) 重金属 Feとして500 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(3))

Pbとして20 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/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))

乾燥減量 10.0%以下 (135℃, 6時間)

定量法 本品約2.7gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に500mlとし、この液100ml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(~~ii~~)により定量する。

0.1mol/~~4~~三塩化チタン溶液 1ml = ~~23.318~~23.32mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

食用青色 2号アルミニウムレーキ

Food Blue No.2 Aluminium Lake

インジゴカルミ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、これに食用青色 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、2,2'-ビ(3-オキシソ-1*H*-インドリン-2-イリデン)-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム~~3,3'-ジオキシソ-2,2'-ビインドリニリデン-5,5'-ジスルホン酸二ナトリウム塩~~ ($C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2=466.35$) として10.0%以上を含む。

性 状 本品は、帯紫青色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸 5 ml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、濃紫青色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5 mlに加えるとき、液は、紫青色を呈する。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5 mlを加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、ほとんど澄明に溶け、液は、黄褐色を呈する。冷後、塩酸 (1→4) を加えて中和するとき、液は、紫青～淡緑色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。

(3) 本品0.1gに硫酸 (1→20) 5 ml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610～614nmに極大吸収部がある。

(4) 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 Feとして250 μ g/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(2))

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))

ただし鉄の試験の場合、試料液及び空試験液は、それぞれ4.0mlずつを用いる。

(3) 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)

(4) 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)

(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(4))

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

定量法 0.1mol/~~4~~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(2)により定量する。

0.1mol/~~4~~三塩化チタン溶液 1 ml = ~~23.318~~ 23.32mg $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

シヨ糖脂肪酸エステル
Sucrose Esters of Fatty Acids

定 義 本品には、脂肪酸とシヨ糖のエステル及びシヨ糖酢酸イソ酪酸エステルがある。
性 状 本品は、白～黄褐色の粉末状若しくは塊状の物質又は無～赤褐色の粘りよ
う粘稠な樹脂状若しくは液状の物質で、においがなく又はわずかに特異なにおいが
ある。

確認試験 (1) 本品 1 g にエタノール製水酸化カリウム試液 25 ml を加え、還流冷却器
を付けて水浴上で 1 時間加熱する。この液に水 50 ml を加え、残留液が約 30 ml になる
まで蒸留する。冷後、残留液に塩酸 (1 → 4) 10 ml を加えてよく振り混ぜた後、塩
化ナトリウムを加えて飽和溶液とし、ジエチルエーテル 30 ml ずつで 2 回抽出する。
ジエチルエーテル層を合わせ、塩化ナトリウム飽和溶液 20 ml で洗った後、無水硫酸
ナトリウム 2 g を加えて脱水し、ジエチルエーテルを留去する。更に送風してジエチ
ルエーテルを十分に除き、残留物を 10℃ に冷却するとき、脂肪酸とシヨ糖のエステ
ルの場合は油滴若しくは無～淡黄褐色の固体を析出するが、~~シヨ糖酢酸イソ酪~~
~~酸エステル~~の場合は酢酸のにおい及びイソ酪酸のにおいを有する液体が残る。

(2) (1) のジエチルエーテル層を分離した水層 2 ml を試験管に採りとり、水浴中でジ
エチルエーテルのにおいがなくなるまで加温し、冷後、アントロン試液 1 ml を管壁
に沿って静かに加えて層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。

純度試験 (1) 酸価 6.0 以下

本品約 3 g を精密に量り、~~イソプロピルアルコール~~ 2-プロパノール / 水混液
(2 : 1) 60 ml を加えて溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

~~(2) ジメチルホルムアミド ジメチルホルムアミドとして 1.0 μg/g 以下~~

~~本品 10 g を量り、200 ml のフラスコに入れ、これにメタノール製 5 % 水酸化ナト
リウム試液 100 ml を加えて還流冷却器を付け、更に冷却器を還流冷却器に連結する。
冷却器の先端は、あらかじめ受器に入れたメタノール / 塩酸混液 (99 : 1) 10 ml 中
に浸しておく。水浴中でフラスコを 30 分間加熱する。次に還流冷却器の水を除いて
蒸留し、留出液 50 ml を採る。留出液は、水浴中でほとんど乾固するまで濃縮した後、
残留物に水 10 ml を加えて溶かし、分液漏斗に移す。受器は、水 10 ml ずつで 3 回洗い、
洗液は、分液漏斗中の液に合わせる。この液にクロロホルム / 二硫化炭素混液 (20 :
1) 10 ml 及びアンモニア試液 5 ml を加え、2 分間激しく振り混ぜる。更に硫酸銅・
アンモニア試液 1 ml を加えて 1 分間激しく振り混ぜ、次に酢酸 (1 → 3) 5 ml を加
え、再び 1 分間激しく振り混ぜた後、下層を採り、無水硫酸ナトリウムで脱水し、
検液とするとき、検液の色は、次の比較液の色より濃くない。比較液は、塩酸ジメ~~

~~チルアミン標準液10mlを量り、分液漏斗に入れ、これに水30mlを加え、更にクロロホルム／二硫化炭素混液（20：1）10ml及びアンモニア試液5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

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

~~(2) 鉛 Pbとして2.0 μg/g以下（5.0g、第1法）~~

~~(43) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下（0.50g、第3法、装置B）~~

~~(54) 遊離ショ糖 5.0%以下~~

本品約2gを精密に量り、~~1~~1-ブタノール40mlを加え、水浴上で加温して溶かし、塩化ナトリウム溶液（1→20）20mlずつで2回抽出し、抽出液を合わせ、塩酸（1→4）2mlを加えて水浴中で30分間加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液2～3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液（1→25）で中和し、水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。試料液20mlを正確に量り、ベルトラン試液A 20ml及びベルトラン試液B 20mlを加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる（この際上澄液は、紫青色を呈している）。次に上澄液をガラスろ過器（1G4）でろ過し、フラスコ内の沈殿を洗液がアルカリ性を示さなくなるまで温湯で洗い、洗液は、ガラスろ過器でろ過する。（亜酸化銅は、なるべく空気に触れさせないように注意する。）次にフラスコ内の沈殿にベルトラン試液C 20mlを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、ベルトラン試液Dで滴定する。その消費量から銅量を算定し、付表により転化糖の量を求め、次式により遊離ショ糖の~~含量~~を求める。

$$\text{遊離ショ糖の含量} = \frac{\text{転化糖の量 (mg)} \times 0.95 \times 5}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

~~(5) ジメチルスルホキシド ショ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除き、ジメチルスルホキシドとして2.0 μg/g以下~~

~~本品約5gを精密に量り、テトラヒドロフランに溶かして正確に25mlとし、検液とする。別にジメチルスルホキシド約0.1gを精密に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に100mlとし、標準原液とする。この標準原液0.5ml、1ml、2ml及び5mlを正確に量り、それぞれにテトラヒドロフランを加え、それぞれを正確に50mlとし、標準液とする。検液及び4濃度の標準液をそれぞれ3 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。標準液のジメチルスルホキシドのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を両対数方眼紙上で作成する。検液のジメチルスルホキシドのピーク高さあるい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 炎光光度検出器（硫黄フィルター装着）~~

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20M及び3%の水酸化カリウム

担体 180~250 μ mのガスクロマトグラフィー用のケイソウ土

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 150~170 $^{\circ}$ Cの一定温度

注入口温度 210 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 窒素

流量 ジメチルスルホキシドのピークが約3分後に現れるように調節する。

(26) ジメチルホルムアミド ジメチルホルムアミドとして1.0 μ g/g以下

~~本品10gを量り、200mlのフラスコに入れ、これにメタノール製5%水酸化ナトリウム試液100mlを加えて還流冷却器を付け、更に冷却器を還流冷却器に連結する。冷却器の先端は、あらかじめ受器に入れたメタノール/塩酸混液(99:1)10ml中に浸しておく。水浴中でフラスコを30分間加熱する。次に還流冷却器の水を除いて蒸留し、留出液50mlを採る。留出液は、水浴中でほとんど乾固するまで濃縮した後、残留物に水10mlを加えて溶かし、分液漏斗に移す。受器は、水10mlずつで3回洗い、洗液は、分液漏斗中の液に合わせる。この液にクロロホルム/二硫化炭素混液(20:1)10ml及びアンモニア試液5mlを加え、2分間激しく振り混ぜる。更に硫酸銅・アンモニア試液1mlを加えて1分間激しく振り混ぜ、次に酢酸(1:3)5mlを加え、再び1分間激しく振り混ぜた後、下層を採り、無水硫酸ナトリウムで脱水し、検液とするとき、検液の色は、次の比較液の色より濃くない。比較液は、塩酸ジメチルアミン標準液10mlを量り、分液漏斗に入れ、これに水30mlを加え、更にクロロホルム/二硫化炭素混液(20:1)10ml及びアンモニア試液5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

本品約2gを精密に量り、テトラヒドロフランに溶かして正確に20mlとし、検液とする。別に、ジメチルホルムアミド約0.1gを精密に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に100mlとし、標準原液とする。この標準原液0.5ml, 1ml及び2mlを正確に量り、それぞれにテトラヒドロフランを加え、正確に100mlとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ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。標準液のジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線からジメチルホルムアミドの量を求める。

操作条件

検出器 窒素リン検出器

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

一用ポリエチレングリコールを0.5 μ mの厚さで被覆したもの
カラム温度 40℃で2分間保持し、その後毎分20℃で昇温し、160℃に到達後、2
分間保持する。

注入口温度 180℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジメチルホルムアミドのピークが約6分後に現れるように調整する。

(7) その他の溶媒 (シヨ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除く)

エチルメチルケトン 10 μ g/g以下

酢酸エチル, 2-プロパノール及びプロピレングリコール 合計量として0.035%以下

メタノール 10 μ g/g以下

2-メチル-1-プロパノール 10 μ g/g以下

(i) エチルメチルケトン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノール

エチルメチルケトン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノールをそれぞれ約0.2gずつ精密に量り, 混合し, 水を加えて正確に50mlとし, 標準液Aとする。標準液A 5ml及び10mlを正確に量り, 水を加えてそれぞれ正確に20mlとし, それぞれを標準液B及び標準液Cとする。専用バイアル瓶に本品1.00gを量り, 水5 μ lを正確に加え, 検液とする。同様に, 別の3本の専用バイアル瓶に本品1.00gずつを量り, それぞれに標準液A, 標準液B及び標準液Cを5 μ lずつ正確に加え, 標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき, 次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準検液の各溶媒成分のピーク面積を測定し, 検液及び各標準検液中の各溶媒添加量を横軸に, そのピーク面積を縦軸にとり, 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, 試料中の各溶媒の量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm, 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 40℃

注入口温度 110℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 2-メチル-1-プロパノールのピークが約5分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 80℃

バイアル内平衡時間 40分

注入量 1.0ml

(ii) プロピレングリコール

本品約1gを精密に量り、内標準溶液0.1mlを添加し、ピリジンに溶かして正確に100mlとする。この液0.5mlを正確に量り、ヘキサメチルジシラザン0.25ml、トリメチルクロロシラン0.1mlを加えて激しく振り混ぜ、室温で30分放置した後、遠心分離し、その上層を検液とする。ただし、内標準溶液は、エチレングリコール0.025gを量り、ピリジンを加えて正確に50mlとする。別にプロピレングリコール約0.025gを精密に量り、ピリジンを加えて正確に50mlとする。この液40 μ l、200 μ l、500 μ l及び1,000 μ lを正確に量り、それぞれに内標準溶液0.1mlを添加し、更にピリジンを加えて正確に10mlとし、以下検液の場合と同様に操作して標準液とする。検液と4濃度の標準液をそれぞれ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。内標準法により、検量線からプロピレングリコールの量を求める。

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0.25 μ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃で5分間保持し、その後毎分20℃で昇温し、250℃に到達後、5分間保持する。

注入口温度 230℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 プロピレングリコールの誘導体のピークが約8分後に現れるように調整する

水分 4.0%以下（逆滴定）

強熱残分 2.0%以下

シリコーン樹脂

Silicone Resin

ポリジメチルシロキサン

性状 本品は、無～淡灰色で、透明若しくは半透明の粘りや粘稠な液体又はペースト状の物質で、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液膜法により測定するとき2,960 cm^{-1}

~~1, 260cm⁻¹, 1, 124~1, 010cm⁻¹及び800cm⁻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) 抽出シリコーン油の屈折率 $n_D^{25} = 1.400 \sim 1.410$

本品15gを量り、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し、検液とし、屈折率を測定する。

(2) 抽出シリコーン油の動粘度 $100 \sim 1,100 \text{mm}^2 \text{s}^{-1}$

(1)の検液の25℃における動粘度を測定する。

(3) 比重 $0.96 \sim 1.02$

(4) 二酸化ケイ素 15.0% 以下

(1)で抽出した後の残留物を約100℃で1時間乾燥し、その重量質量を量る。

シンナミルアルコール

Cinnamyl Alcohol

ケイ皮アルコール

$\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$

分子量 134.18

~~3-Phenylprop-2-en-1-ol 3-phenyl-2-propen-1-ol~~ ~~〔104-54-1〕~~

含 量 本品は、シンナミルアルコール ($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～淡黄色の結晶塊で、特有のにおいがある。

確認試験 本品0.2gに過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5ml及び硫酸 (1→25) 1mlを加えるとき、シンナムアルデヒドのにおいを発する。

純度試験 (1) 凝固点 31°C 以上

(2) 溶状 澄明

本品1.0gを量り、50vol%エタノール3.0mlを加え、 35°C に加温して溶かし、検液とする。

(3) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

(4) シンナムアルデヒド シンナムアルデヒド ($\text{C}_9\text{H}_8\text{O} = 132.16$) として1.5%以下
本品約5g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1法の試験を行う。ただし、放置時間は、15分間とする。

定 量 法 香料試験法中のアルコール類含量の第2法により定量する。ただし、試料の採取量は、0.5gとする。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 67.09mg $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$

シンナムアルデヒド

Cinnam Aldehyde

ケイ皮アルデヒド

C_9H_8O

分子量 132.16

(2E)-3-Phenylprop-2-enal [14371-10-9]

~~3-phenyl-2-propenal [104-55-2]~~

含 量 本品は、シンナムアルデヒド (C_9H_8O) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、シンナ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 $n_D^{20} = 1.619 \sim 1.625$

(2) 比重 1.051～1.056

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 60vol%エタノール 7.0~~7~~ml)

(4) 酸価 5.0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1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 ~~1~~エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 66.08mg C_9H_8O

水酸化カリウム

Potassium Hydroxide

カセイカリ

KOH

分子量 56.11

~~P~~otassium hydroxide ~~__~~[1310-58-3]~~__~~

含 量 本品は、水酸化カリウム (KOH) 85.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の小球状、片状、棒状、その他の塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カ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

本品50gを量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、~~__~~250~~ml~~とし、試料液

とする。試料液 5 ml を量り、水 20 ml を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム 定量法で得られる炭酸カリウム (K_2CO_3) の含量が 2.0% 以下

(3) 重金属 Pb として $30 \mu g/g$ 以下

(1) の試料液 5 ml を正確に量り、塩酸 (1 → 4) を徐々に加えて中和し、更に酢酸 (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 3.0 ml に酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

(4) 鉛 Pb として $10 \mu g/g$ 以下

本品 5.0 g を量り、塩酸 (2 → 3) を徐々に加えて中和し、更に塩酸 (2 → 3) 1 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 5.0 ml を量り、塩酸 (2 → 3) 1 ml 及び水を加えて 50 ml 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。

(5) 水銀 Hg として $0.10 \mu g/g$ 以下

(1) の試料液 10 ml を正確に量り、過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 50) 1 ml 及び水約 30 ml を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸を徐々に加えて中和し、更に硫酸 (1 → 2) 5 ml を加え、冷後、これを検液とする。次に、検液中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え、かつ、二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 → 5) を加えた後、水を加えて 100 ml とし、原子吸光分析装置の検水瓶に入れる。更に塩化第一スズ試液 10 ml を加え、直ちに原子吸光分析装置を連結し、ダイヤフラムポンプを作動させて空気を循環させ、記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は、水銀標準液 2.0 ml を量り、過マンガン酸カリウム溶液 (3 → 50) 1 ml、水 30 ml 及び検液の調製に用いた量の精製塩酸を加え、検液と同様に操作して得られた吸光度よりも大きくない。

(6) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下

(1) の試料液 2.5 ml を正確に量り、水 5 ml を加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。装置 B を用いる。

定量法 本品約 50 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、正確に 1,000 ml とし、試料液とする。試料液 25 ml を正確に量り、新たに煮沸し冷却した水 10 ml を加え、 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 1 ml) 、中和点に達した後、更に 1 mol/L 塩酸 1 ml を正確に量って加え、約 5 分間煮沸する。冷後、過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、 1 mol/L 塩酸の消費量 a ml を求める。別に試料液 25 ml を正確に量り、共栓フラスコに入れ、新たに煮沸し冷却した水 25 ml を加える。この液に塩化バリウム溶液 (3 → 25) 10 ml を加え、栓をして静かに振り混ぜ、 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 フェノールフタレイン試液 1 ml) 、その消費量を b ml とする。

$$0.05611 \times b \times 40$$

$$\text{水酸化カリウム (KOH) の含量} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\text{炭酸カリウム (K}_2\text{CO}_3\text{) の含量} = \frac{0.06910 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

水酸化カリウム液

Potassium Hydroxide Solution

カセイカリ液

含 量 本品は、表示量の95～120%の水酸化カリウム (KOH = 56.11) を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カ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

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え、表示量から計算し、KOHとして20w/v%となるように調製し、試料液とする。試料液 5 mlを量り、水 20mlを加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム K_2CO_3 としてKOH当たり2.0%以下

「水酸化カリウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして $30 \mu\text{g/g} \cdot \text{KOH}$ 以下

「水酸化カリウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) 鉛 Pbとして $10 \mu\text{g/g} \cdot \text{KOH}$ 以下

「水酸化カリウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) 水銀 Hgとして $0.10 \mu\text{g/g} \cdot \text{KOH}$ 以下

「水酸化カリウム」の純度試験(5)を準用する。

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

「水酸化カリウム」の純度試験(6)を準用する。

定 量 法 水酸化カリウム (KOH) として約 5 gに対応する量の試料本品を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。試料液25mlを正確に量り、以下「水酸化カリウム」の定量法により測定し、次式により求める。

$$\text{水酸化カリウム (KOH) の含量} = \frac{0.05611 \times b \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

水酸化カリウム (KOH) 当たりの炭酸カリウム (K_2CO_3) の含量

$$= \frac{0.06910 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化カリウムの含量 (\%)}} \quad (\%)$$

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消 石 灰

Ca(OH)₂

分子量 74.09

Calcium hydroxide ~~—[1305-62-0]~~

含 量 本品は、水酸化カルシウム〔Ca(OH)₂〕95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品に3～4倍量の水を加えるとき、泥状になり、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1gに水20ml及び酢酸(1→3)6mlを加えて溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品2.0gを量り、塩酸10ml及び水20mlを加えて溶かし、煮沸する。冷後、水を加えて200mlとし、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熱湯で洗った後、ろ紙と共に灰化し、その重量を量る。

(2) 炭酸塩 本品2.0gを量り、水50mlを加えてよく振り混ぜた後、塩酸(1→4)25mlを加えるとき、著しく泡立たない。

(3) 重金属 Pbとして40μg/g以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→4)10mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20)2ml及び水20mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→10)30mlを加えて溶かし、1分間煮沸する。シュウ酸溶液(3→50)40mlを速やかに加え、以下「塩化カルシウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) バリウム Baとして0.030%以下

本品1.50gを量り、塩酸(1→4)15mlを加えて溶かし、水を加えて30mlとし、ろ過する。ろ液20mlを量り、検液とし、酢酸ナトリウム2g、酢酸(1→20)1ml及びクロム酸カリウム溶液(1→20)0.5mlを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mlを量り、水を加えて20mlとし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/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。

定量法 本品約 2 g を精密に量り，塩酸（1 → 4）30 ml を加えて溶かし，更に水を加えて正確に 250 ml とし，検液とし，カルシウム塩定量法中の第 1 法により定量する。

0.05 mol/L EDTA 溶液 1 ml = ~~3.7046~~ 3.705 mg Ca(OH)_2

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

カセイソーダ

<u>NaOH · nH₂O (n=1又は0)</u>	分子量	<u>1 水和物</u>	58.01
<u>Sodium hydroxide</u> — [1310-73-2, 無水物] —		<u>無水物</u>	40.00
<u>Sodium hydroxide monohydrate</u> [12200-64-5, 1 水和物]			

定義 本品には結晶物及び無水物があり，それぞれを水酸化ナトリウム（結晶）及び水酸化ナトリウムと称する。結晶物は，水酸化ナトリウムと水酸化ナトリウム ~~（1 水和物）~~ の混合物である。

含量 結晶物は，水酸化ナトリウム（NaOH）70.0～75.0%を，無水物は，水酸化ナトリウム（NaOH）95.0%以上を含む。

性状 結晶物は，白色の結晶性の粉末又は粒であり，無水物は，白色の小球状，片状，棒状，その他の塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1 → 50）は，強アルカリ性である。

(2) 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

本品 50 g を量り，新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 250 ml とし，試料液とする。試料液 ~~5.0-5~~ ml を量り，水 20 ml を加えて混和し，検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム 定量法で得られる炭酸ナトリウム（Na₂CO₃）の含量が 2.0% 以下

(3) 重金属 Pb として 30 μg/g 以下

(1) の試料液 5 ml を正確に量り，塩酸（1 → 4）を徐々に加えて中和し，更に酢酸（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 3.0 ml に酢酸（1 → 20）2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

(4) 水銀 Hg として 0.10 μg/g 以下

(1) の試料液 10 ml を正確に量り，過マンガン酸カリウム溶液（3 → 50）1 ml 及び水約 30 ml を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に硫酸（1 → 2）5 ml を加え，冷後，これを検液とする。次に検液中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え，かつ，二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで塩酸ヒドロキシルアミン溶液（1 → 5）を加えた後，水を加えて 100 ml とし，原子吸光分析装置の検水

瓶に入れる。さらに、塩化第一スズ試液10mlを加え、直ちに原子吸光分析装置を連結し、ダイヤフラムポンプを作動させて空気を循環させ、記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は、比較液の吸光度よりも大きくない。比較液は、水銀標準液2.0mlを量り、過マンガン酸カリウム溶液(3→50) 1 ml, 水30ml及び検液の調製に用いた量の精製塩酸を加え、検液と同様に操作して得られた吸光度よりも大きくない。調製する。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

(1)の試料液2.5mlを正確に量り、水5 mlを加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。装置Bを用いる。

定量法 本品約50gを精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に1,000mlとし、試料液とする。試料液25mlを正確に量り、新たに煮沸し冷却した水10mlを加え、1 mol/L塩酸で滴定し(指示薬 プロモフェノールブルー試液 1 ml)、中和点に達した後、更に1 mol/L塩酸 1 mlを正確に量って加え、約5分間煮沸する。冷後、過量の酸を0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、1 mol/L塩酸の消費量 a mlを求める。別に試料液25mlを正確に量り、共栓フラスコに入れ、新たに煮沸し冷却した水25mlを加える。この液に塩化バリウム溶液(3→25) 10mlを加え、栓をして静かに振り混ぜ、1 mol/L塩酸で滴定し(指示薬 フェノールフタレイン試液 1 ml)、その消費量を b mlとする。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量} = \frac{0.04000 \times b \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\text{炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量} = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

水酸化ナトリウム液

Sodium Hydroxide Solution

カセイソーダ液

含量 本品は、表示量の95~120%の水酸化ナトリウム(NaOH=40.00)を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→50)は、強アルカリ性である。

(2) 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

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え、表示量から計算し、NaOHとして20w/v%となるように調製し、試料液とする。試料液~~5.0~~5mlを量り、水20mlを加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム Na_2CO_3 としてNaOH当たり2.0%以下

「水酸化ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして $30\mu\text{g/g}\cdot\text{NaOH}$ 以下

「水酸化ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) 水銀 Hgとして $0.10\mu\text{g/g}\cdot\text{NaOH}$ 以下

「水酸化ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。

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

「水酸化ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。

定量法 水酸化ナトリウム (NaOH) として約5gに対応する量の試料を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。試料液25mlを正確に量り、以下「水酸化ナトリウム」の定量法により測定し、次式により求める。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量} = \frac{0.04000 \times b \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\begin{aligned} & \text{水酸化ナトリウム (NaOH) 当たりの炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量} \\ & = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化ナトリウムの含量 (\%)}} (\%) \end{aligned}$$

水溶性アナー

Annatto, Water-soluble

定義 本品は、ベニノキ *Bixa orellana* Linné L. (~~Bixaceae~~) の種子の赤色被覆物から加水分解を経て作られ、その色素成分は、ノルビキシンのカリウム塩又はナトリウム塩である。

含量 本品は、ノルビキシシン ($\text{C}_{24}\text{H}_{28}\text{O}_4 = 380.48$) として表示量の100~125%を含む。

性状 本品は、赤褐~褐色の粉末、塊、液体又はペースト状の物質で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5gに水20mlを加えて溶かし、硫酸(1→20)2mlを加えて振り混

げた後、ろ過する。ろ紙上の残留物を水20mlずつで3回洗う。

(i) 残留物の一部に水酸化ナトリウム（1→2,500）を加えて溶かした液は、波長452～456nm及び480～484nm付近に吸収を認める。

(ii) 残留物の一部をエタノール10mlに溶かし、その1滴をろ紙上にスポットした後、風乾する。次に~~二塩化アンチモン試液1滴~~ 5%亜硝酸ナトリウム溶液2～3滴、続けて0.5mol/L硫酸2～3滴を滴下したするとき、ろ紙上の黄色は青色に変わる脱色される。

(2) 本品1gに水50mlを加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に塩酸（1→4）2mlを加えるとき、赤褐～黄褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 遊離アルカリ 本品10gを量り、水100mlを加えて振り混ぜ、1mol/L塩酸8mlを加えてよくかき混ぜ、30分間放置した後、ろ過した液のpHは、~~7.0~~以下である。

(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下

本品2.0gを量り、試料とし、必要があれば水浴上で蒸発乾固した後、第2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。

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下（タール色素試験法）

(4) 吸光比 確認試験(1)の(i)と同様に操作して波長480～484nm及び452～456nmにおける極大吸収部の吸光度をそれぞれA₁及びA₂とするとき、A₂/A₁は1.11～1.25である。

定量法 本品0.1～1gを精密に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mlとし、よく混和する。この液1mlを正確に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mlとする。この液の波長454nm付近の極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式によりノルビキシンの含量を求める。

$$\text{ノルビキン (C}_{24}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{) の含量} = \frac{A}{3,473} \times \frac{100,000}{\text{試料採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

新規指定 スクラロース

新規指定 ステアリン酸カルシウム

新規指定 ステアリン酸マグネシウム

ステアロイル乳酸カルシウム

Calcium Stearoyl Lactylate

ステアリル乳酸カルシウム

≒[5793-94-2]≒

定 義 本品は、ステアロイル乳酸類のカルシウム塩を主成分とし、これとその関連酸類及びそれらのカルシウム塩との混合物である。

性 状 本品は、白～帯黄色の粉末又は固体で、においがいいか又は特異なにおいがあある。

確認試験 (1) 本品 1 gを500℃で1時間強熱して得た残留物に塩酸(1→4) 5 mlを加えて溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品 2 gに塩酸(1→4) 10 mlを加え、よくかき混ぜ、水浴中で加熱し、熱時ろ過する。ろ紙上の残留物に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 30 mlを加え、かき混ぜながら95℃以上の水浴中で30分間加熱する。冷後、塩酸(1→4) 20 mlを加え、ジエチルエーテル 30 mlずつで2回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水20 mlで水洗した後、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを蒸発させて除き、残留物の融点を測定するとき、54～69℃である。

(3) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 酸価 50～86

本品の粉末約0.5 gを精密に量り、エタノール/ジエチルエーテル混液(1:1) 20 mlを加えて溶かし、検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、終点は、20秒間紅色の持続するときとする。

(2) エステル価 125～164(油脂類試験法)ただし、酸価は、純度試験(1)の測定値を用いる。けん化価は、本品約1 gを精密に量り、試料とし、油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。けん化価の試験においては、エタノール製水酸化カリウム試液を加える際に生じる析出物が器壁に固着しないように注意し、滴定は、熱時行うものとする。

(3) 総乳酸 乳酸(C₃H₆O₃)として32～38%

本品約~~200mg~~0.2 gを精密に量り、100 mlのフラスコに入れ、エタノール製水酸化カリウム試液10 ml及び水10 mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で45分間加熱する。フラスコ及び冷却器を水40 mlで洗い、洗液をフラスコに加え、液量が3分の1以下になるまで加熱する。これに硫酸(1→2) 6 mlを加えて混和し、更に石油エーテル25 mlを加えてよく振り混ぜた後、全量を分液漏斗に移し、~~静置~~放置して二層に分離させる。水層を100 mlのメスフラスコに移し、石油エーテル層は、水20 mlずつで

2回洗い，洗液をメスフラスコに合わせ，更に水を加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り，水を加えて正確に100mlとし，検液とする。検液1mlを正確に量り，共栓試験管に入れ，硫酸銅溶液（1→8）1滴を加えて混和する。これに硫酸9mlを速やかに加え，緩く栓をして90℃の水浴中で正確に5分間加熱した後，直ちに氷水中で20℃まで冷却する。次にパラフェニルフェノール試液0.2mlを加えてよく振り混ぜ，30℃の水浴中で30分間加温する。この間内容物を2～3回振り混ぜる。次に90℃の水浴中で正確に90秒間加熱し，直ちに氷水中で室温まで冷却し，30分間放置した後，波長570nmにおける吸光度を測定する。対照液は，検液の代わりに水1.0mlを用い，検液と同様に操作して調製した液を用いる。

別に乳酸リチウム標準液5ml，7ml及び10mlをそれぞれ正確に量り，水を加えてそれぞれ正確に100mlとする。これらの液1mlずつを正確に量り，それぞれ共栓試験管に入れ，検液の場合と同様に操作してそれぞれの吸光度を測定し，検量線を作成する。

この検量線と検液の吸光度から検液中の乳酸の量（mg）を求め，次式により総乳酸（ $C_3H_6O_3$ ）の含~~量~~量を求める。

$$\text{総乳酸（} C_3H_6O_3 \text{）の含~~量~~量} = \frac{\text{検液中の乳酸の量（mg）} \times 100}{\text{試料の採取量（mg）}} \times 100 (\%)$$

(4) 重金属 Pbとして $10 \mu g/g$ 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 $4.0 \mu g/g$ 以下（0.50g，第3法，装置B）

強熱残分 14.3～17.7%（800℃）

精製カラギナン

Purified Carrageenan

Refined Carrageenan

定 義 本品は，カラギナン（イバラノリ属（*Hypnea*），キリンサイ属（*Eucheuma*），ギンナンソウ属（*Iridaea*），スギノリ属（*Gigartina*）又はツノマタ属（*Chondrus*）の藻類の全藻から得られた，ι-カラギナン，κ-カラギナン及びλ-カラギナンを主成分とするものをいう。）の一つである。~~カラギナンは，イバラノリ，キリンサイ，ギンナンソウ，スギノリ又はツノマタの全藻から得られた，ι-カラギナン，κ-カラギナン及びλ-カラギナンを主成分とするものである。~~ショ糖，ブドウ糖，マルトース，乳糖又はデキストリンを含むことがある。

性状 本品は、白～淡褐色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 「加工ユーケマ藻類」の確認試験(1)を準用する。

~~(2) (1)で得た溶液又はゲル50mlに塩化カリウム0.2gを加え、再び加温し、よくかき混ぜた後、室温まで冷却するとき、 ϵ -カラギナンを主成分とするものは弾力性のあるゲルとなり、 κ -カラギナンを主成分とするものはもろいゲルとなり、 λ -カラギナンを主成分とするものはゲル化しない。~~

~~(2) 「加工ユーケマ藻類」の確認試験(2)を準用する。~~

本品0.1gを水20mlに加えて塩化バリウム溶液(3→25)3ml及び塩酸(1→5)5mlを加えてよく混和し、必要があれば沈殿を除き、この液を5分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生ずる。

純度試験 (1) 粘度 5.0mPa・s以上「加工ユーケマ藻類」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 硫酸基 15～40%(乾燥物換算)「加工ユーケマ藻類」の純度試験(4)を準用する。~~

本品約8gを精密に量り、60%2-プロパノール400ml中に分散する。穏やかに4時間かき混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。ろ紙上の残留物を60%2-プロパノール10mlで2回、2-プロパノール10mlで2回洗浄し、105℃で恒量になるまで乾燥し、試料とする。得られた試料約1gを精密に量り、100mlのケルダールフラスコに入れる。塩酸(1→10)50mlを加えて還流冷却管を付け、1時間煮沸する。10vol%過酸化水素溶液25mlを加え、更に5時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し、ろ液を500mlビーカーに移し、煮沸しながら塩化バリウム溶液(3→25)10mlを徐々に加える。水浴中で2時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙と共に乾燥し、磁製るつぼに入れ、内容物が白く灰化するまで焼いた後、硫酸バリウムとして秤量し、次式により硫酸基(SO₄)の量を求める。

$$\text{硫酸基(SO}_4\text{)の量} = \frac{\text{硫酸バリウムの量(g)} \times 0.4116}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

(3) 酸不溶物 2.0%以下

純度試験(2)で得られた試料約2gを精密に量り、以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)を準用する。

(4) 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)

(5) 鉛 Pbとして~~40~~5.0 μ g/g以下(~~4~~0.2.0g, 第1法)

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(7) 2-プロパノールとメタノール 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)を準用する

乾燥減量 12.0%以下 (105℃, 4時間)

灰分 15.0~40.0% (~~乾燥物換算~~純度試験(2)で得られた試料2.0g)

酸不溶性灰分 1.0%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。

L-セリン

L-Serine

$C_3H_7NO_3$

分子量 105.09

(2S)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid ~~〔56-45-1〕~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-セリン($C_3H_7NO_3$)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、においがなく、味はわずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000)5mlにニンヒドリン溶液(1→50)1mlを加え水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→20)10mlに過ヨウ素酸0.2gを加えて加熱するとき、ホルマリンのにおいを発する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +13.5 \sim +16.0^\circ$

本品約10gを精密に量り、2mol/L塩酸を加えて溶かし、正確に100ml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 (1.0g, 水20ml)

(3) 液性 pH5.2~6.2 (1.0g, 水10ml)

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

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

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

乾燥減量 0.30%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約0.2gを精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液1ml = ~~10.509~~10.51mg $C_3H_7NO_3$

ソルビタン脂肪酸エステル

Sorbitan Esters of Fatty Acids

定 義 本品は、脂肪酸とソルビタンとのエステルである。

性 状 本品は、白～黄褐色の粉末、薄片、粒、ろう状の塊又は液体である。

確認試験 (1) 本品0.5gに無水エタノール5mlを加えて加熱して溶かし、硫酸(1→20)5mlを加え、水浴中で30分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を析出する。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル5mlを加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) (1)で油滴又は固体を分離した残りの液2mlを採りとり、新たに調製したカテコール溶液(1→10)2mlを加えて振り混ぜ、更に硫酸5mlを加えて振り混ぜるとき、液は、紅～赤褐色を呈する。

純度試験 (1) 酸価 15以下(油脂類試験法)

(2) 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)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) ポリオキシエチレン 本品1.0gを量り、イソオクタンに溶かし、水20mlを加え、加温してよく振り混ぜ、冷後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液10mlを加えてよく振り混ぜる。~~この液にクロロホルム10mlを加え、再び振り混ぜた後、~~放置するとき、クロロホルムイソオクタン層は、青色を呈さない。

強熱残分 1.5%以下

D-ソルビトール

D-Sorbitol

D-ソルビット

C₆H₁₄O₆

分子量 182.17

~~(2S, 3R, 4R, 5R) 1, 2, 3, 4, 5, 6-hexanehexol~~

D-Glucitol ~~—[50-70-4]—~~

含 量 本品を乾燥したものは、D-ソルビトール(C₆H₁₄O₆)90.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(7→10)1mlに硫酸第一鉄試液2ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mlを加えるとき、液は、青緑色を呈するが、濁らない。

(2) 本品の水溶液(1→100)1mlに、新たに調製したカテコール溶液(1→10)1mlを加え、よく振り混ぜた後、硫酸2mlを加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤色を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 5 gを量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.5 mlを加えて振り混ぜるとき、液は、30 秒以上持続する紅色を呈する。

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

(3) ニッケル 本品 0.50 gを量り、水 5 mlを加えて溶かし、ジメチルグリオキシム・エタノール溶液 (1 → 100) 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は、紅色を呈さない。

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

(5) 還元糖 ブドウ糖D-グルコースとして 0.68% 以下

本品 1.0 gを量り、フラスコに入れ、水 25 mlを加えて溶かし、フェーリング試液 40 mlを加え、3 分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。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) でろ過し、ろ液は捨てる。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加えて洗浄し、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら先のガラスろ過器でろ過し、洗液を捨てる。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返して、洗液は捨てる。次にフラスコ内の沈殿に直ちに硫酸第二鉄試液 20 mlを加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、これを 80°C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 2.0 mlを加えるとき、液の紅色は直ちに消えない。

(6) 糖類 ブドウ糖D-グルコースとして 4.4% 以下

本品 10 gを量り、水 25 mlを加えて溶かし、塩酸 (1 → 4) 8 mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱し、冷後、メチルオレンジ試液を指示薬として水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) で中和する。次に水を加えて 100 mlとし、この液 10 mlを量り、水 10 ml及びフェーリング試液 40 mlを加え、3 分間穏やかに煮沸した後、以下純度試験 (5) を準用する。ただし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の量は 13 mlとする。

乾燥減量 3.0% 以下 (0.7 kPa以下, 80°C, 3 時間)

強熱残分 0.02% 以下 (5 g)

定量法 本品及び定量用 D-ソルビトールを乾燥し、それぞれ約 1 gずつを精密に量り、それぞれに水/プロピレングリコール混液 (4 : 1) 5 mlずつを正確に量って加える。さらに、水を加えて溶かしてそれぞれ正確に 10 mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μ lずつを正確に量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの液の検液及び標準液の D-ソルビトールとプロピレングリコールのピーク高さ又はのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、プロピレングリコールのピーク高さ又はピーク面積に対する D-ソルビトールのピーク高さ比又はピーク面積比、 A_T 及び A_S を求め、次式により含量を求める。

D-ソルビトール (C₆H₁₄O₆) の含量

$$= \frac{\text{定量用D-ソルビトールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 ~~9~10.5~12~~ μm の ゲル型スルホン化ポリスチレン 液体クロマト
グラフィ用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4~8 mm, 長さ 20~50 cm のステンレス管

カラム温度 40~85°C の一定温度

移動相 水

流量 ~~0.2~1.5~~ 0.5~1.0 ml/分の一定量

D-ソルビトール液

D-Sorbitol Syrup

D-ソルビット液

含 量 本品は、D-ソルビトール (C₆H₁₄O₆ = 182.17) 50.0~~~70.0~~ 75.0% を含む。

性 状 本品は、無色澄明のシロップ状の液体で、冷時には無色の結晶を析出することがある。本品は、においがなく、甘味がある。

確認試験 「D-ソルビトール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 比重 $d_{25}^{25} = 1.285 \sim 1.315$

(2) 遊離酸 「D-ソルビトール」の純度試験(1)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下

「D-ソルビトール」の純度試験(2)を準用する。

(4) ニッケル 「D-ソルビトール」の純度試験(3)を準用する。

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

「D-ソルビトール」の純度試験(4)を準用する。

(6) 還元糖 ブドウ糖D-グルコースとして0.68%以下

「D-ソルビトール」の純度試験(5)を準用する。

(7) 糖類 ブドウ糖D-グルコースとして6.8%以下

「D-ソルビトール」の純度試験(6)を準用する。ただし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の量は20 mlとする。

強熱残分 0.02%以下 ただし、本品約5 gを精密に量り、硫酸2~3滴を加え、穏や

かに加熱して煮沸し、点火して燃焼させ、冷後、試験を行う。

定量法 本品約1gを精密に量り、以下「D-ソルビトール」の定量法を準用する。

ソルビン酸

Sorbic Acid

$C_6H_8O_2$

分子量 112.13

~~(E,E)-2,4-hexadienoic acid~~

(2E,4E)-Hexa-2,4-dienoic acid ~~=[110-44-1]~~

含量 本品を無水物換算したものは、ソルビン酸($C_6H_8O_2$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の針状結晶又は白色の結晶性の粉末で、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) 本品のアセトン溶液(1→100) 1mlに水1ml及び臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品の~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノール溶液(1→400,000)は、252～256nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 融点 132～135℃

(2) 溶状 本品0.20gを量り、アセトン~~5.0~~5mlを加えて溶かした液の色は、比色標準液Cより濃くない。

(3) 塩化物 Clとして0.014%以下

本品1.50gを量り、水120mlを加え、煮沸して溶かし、冷後、水を加えて120mlとし、ろ過し、ろ液40mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mlを用いる。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.048%以下

(3)のろ液40mlを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mlを用いる。

(5) 重金属 Pbとして10μg/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。これに塩酸(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、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20) 2mlを加え、必要があればろ過し、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。

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

水分 0.50%以下 (2.0g, 直接滴定)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約1gを精密に量り, 中和エタノールを加えて溶かし, ~~正確に~~100ml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)。さらに, 無水物換算を行う。

$0.1mol/L$ 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~11.213~~ 11.21mg $C_6H_8O_2$

ソルビン酸カリウム

Potassiu Sorbate

$C_6H_7KO_2$

分子量 150.22

~~monopotassium (E,E)-2,4-hexadienoate~~

Monopotassium (2E,4E)-hexa-2,4-dienoate ~~[24634-61-5]~~

含量 本品を乾燥したものは, ソルビン酸カリウム ($C_6H_7KO_2$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 白~淡黄褐色のりん片状結晶, 結晶性の粉末又は粒で, においがな
いか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) にアセトン 1mlを加え, これに塩酸 (1→4) を滴加して弱酸性とした後, 臭素試液 2滴を加えて振り混ぜるとき, 液の色は直ちに消える。

(2) 本品は, カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品0.20gを量り, 水~~5.0~~5mlを加えて溶かした液の色は, 比色標準液Fより濃くない。

(2) 遊離アルカリ 本品1.0g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滴を加えるとき, 紅色を呈しても, その色は, $0.05mol/L$ 硫酸0.40mlを加えるとき, 消える。

(3) 塩化物 Clとして0.018%以下

本品1.0gを量り, 水約30mlを加えて溶かし, よく振り混ぜながら硝酸 (1→10) 11mlを加え, ろ過し, 水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 更に水を加えて50mlとし, 検液とする。比較液は, $0.01mol/L$ 塩酸0.50mlに硝酸 (1→10) 6ml及び水を加えて50mlとする。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.038%以下

本品0.50gを量り, 水約30mlを加えて溶かし, よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 3mlを加え, ろ過し, 水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 水を加えて50mlとし, 検液と

する。比較液は、0.005mol/L硫酸0.40mlに塩酸（1→4）1ml及び水を加えて50mlとする。

(5) 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）

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

乾燥減量 1.0%以下（105℃, 3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50mlを加え、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する（指示薬 α -ナフトールベンゼイン試液10滴）。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。

0.1mol/L過塩素酸液 1ml = ~~15.022~~ 15.02mg C₆H₇KO₂

タウマチン

Thaumatocin

ソーマチン

定義 本品は、~~タウマトコッカスダニエリ~~ タウマトコッカス・ダニエリ (*Thaumatococcus daniellii* Bentham) の種子から得られた、タウマチンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、タウマチン94%以上を含む。

性状 本品は、淡黄褐色～灰褐色の粉末又は薄片で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→100）2mlにニンヒドリン・酢酸試液2ml及び硫酸ヒドラジン水溶液（13→25,000）2mlを加え、水浴中で加熱するとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→100,000）の味は甘い。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ （278nm付近の極大吸収部）= 11.5～13.0

本品約0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に200mlとし、吸光度を測定する。

(2) アルミニウム Alとして100 μ g/g以下

本品約~~2.0~~2gを精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450～550℃で強熱して灰化する。その後、0.2mol/L塩酸で正確に25mlとし、検液とする。別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて1ml中にアルミニウム（Al：26.98）2.0～10.0 μ gを含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の~~原子吸光度測定法~~原子吸光度法により試験を行い、標準液の吸光度から得た検量線を用いて検液のアルミニウム含量を求める。

光源ランプ アルミニウム中空陰極ランプ

分析線波長 309.3nm

支燃性ガス 亜酸化窒素

可燃性ガス アセチレン

(3) 炭水化物 3.0%以下

本品約0.50gを精密に量り、あらかじめ塩酸を加えてpH3に調整した水に溶かして正確に50mlとする。この液0.10mlを採りとり、システイン・硫酸試液6mlを正確に加え、水浴中で3分間加熱した後、冷水で5分間冷却し、検液とする。別に1ml中にブドウ糖10~100μgを含むように薄めた溶液を複数調製し、これらの液0.10mlを採りとり、以下検液の調製と同様に操作して、標準液とする。検液及び標準液につき波長400nmにおける吸光度を測定し、標準液の吸光度から得た検量線を用いて、炭水化物の含量をブドウ糖D-グルコースとして求める。ただし、対照液には試料を除いて同様に操作した液を用いる。

(4) 鉛 Pbとして10μg/g以下 (1.0g, 第1法)

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (1.0g, 第3法, 装置C, 比較液 ヒ素標準液 4.0ml)

乾燥減量 9.0%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 2.0%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.15g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い、次式より含量を求める。

タウマチンの含量

$$= \frac{0.1\text{mol/L水酸化ナトリウムの消費量(ml)} \times \frac{1.4007}{1.401} \times 6.25}{\text{試料の採取量(g)} \times 1,000} \times 100(\%)$$

タルク

Talc

定義 本品は、天然の含水ケイ酸マグネシウムを精選したもので、ときに少量のケイ酸アルミニウムを含む。

性状 本品は、白~灰白色の微細な結晶性の粉末で、滑らかな触感を持ち、においが無い。

確認試験 本品0.2gに無水炭酸ナトリウム0.9g及び無水炭酸カリウム1.3gを混和し、白金製又はニッケル製のるつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、熱湯約5mlでビーカーに移し、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、

水浴上で蒸発乾固する。冷後、水20mlを加えて煮沸し、ろ過するとき、ゲル状の物質が残り、ろ液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH7.5~9.5

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜながら混ぜて、2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μ m）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液について測定する。

(2) 水可溶物 0.20%以下

(1)のA液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で2時間乾燥し、その重量質量を量る。

(3) 塩酸可溶物 2.0%以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→4）20mlを加え、50℃で15分間振り混ぜながら加温し、冷後ろ過する。容器及びろ紙上の残留物は、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて20mlとする。この液10mlを量り、硫酸（1→20）1mlを加えて蒸発乾固し、更に恒量になるまで550℃で強熱し、残留物の重量質量を量る。

(4) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下

本品2.0gを量り、塩酸（1→4）16ml及び水20mlを加えてよく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとし、B液とする。B液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に酢酸（1→20）2ml及び水20mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、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) 水溶性鉄 (1)のA液20mlを量り、塩酸で弱酸性とし、新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液（1→10）1滴を加えるとき、液は、青色を呈さない。

(6) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下

(4)のB液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に塩酸（1→10）を加えて溶かして10mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）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。

(7) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、硫酸（3→50）5mlを加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、ろ過する。残留物をはじめに硫酸（3→50）5ml、次に水10mlで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 6.0%以下（550℃，恒量）

タール色素の製剤

Preparations of Tar Colors

確認試験 次の表の第1欄に掲げるタール色素の区分に応じ、それぞれ同表の第2欄に掲げる操作を行う。この操作により得られたスポット及びそのタール色素の標準品を用いて同様に操作して得られたスポットについて、両者を比較する。

第 1 欄	第 2 欄
食用赤色 2 号，食用赤色 3 号，食用赤色 40 号，食用赤色 102 号，食用赤色 104 号，食用赤色 105 号，食用黄色 4 号，食用黄色 5 号及び食用青色 2 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.1% 溶液（不溶物がある場合は，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用赤色 106 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.03% 溶液（不溶物がある場合，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用緑色 3 号及び食用青色 1 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.05% 溶液（不溶物がある場合は，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用赤色 2 号アルミニウムレーキ，食用赤色 40 号アルミニウムレーキ，食用黄色 4 号アルミニウムレーキ，食用黄色 5 号アルミニウムレーキ，食用緑色 3 号アルミニウムレ	タール色素のアルミニウムレーキとして 0.5g に対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り，遠心管に入れ，水 50ml を加えてよく振り混ぜた後，毎分 3,000～3,500 回転で約 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し，残留物に水 50ml を加え，よく振り混ぜた後，再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後，残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ (1) に準じて展開を行

レーキ及び食用青色 1 号アルミニウムレーキ	う。タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。
食用赤色 3 号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水 50mlを加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000～3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50mlを加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。
食用青色 2 号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水 50mlを加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000～3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50mlを加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(4)に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。

純度試験 ~~(1) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下~~

~~タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。~~

(~~2~~1) クロム 色素の含有量が50%を超える場合はCrとして $50 \mu g/g$ 以下、50%以下の場合はCrとして $25 \mu g/g$ 以下

この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について行う。

(2)の試料液及び空試験液5.0mlずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合は10.0mlずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(2)の試験を行う。

(2) 重金属 Pbとして $20 \mu g/g$ 以下

タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の重金属(5)、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中の重金属(3)の試験を行う。

~~(3) クロム 色素の含有量が50%を超える場合はCrとして $50 \mu g/g$ 以下、50%以下の場合はCrとして $25 \mu g/g$ 以下~~

~~この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について~~

~~て行う。~~

~~(2)の試料液及び空試験液5.0mlずつ（製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合には10.0mlずつ）を量り、タール色素試験法中の重金属(2)の試験を行う。~~

(43) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあってはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあってはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。

(4) マンガン 色素の含有量が50%を超える場合はMnとして50 μ g/g以下、50%以下の場合にはMnとして25 μ g/g以下

この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について行う。

(2)の試料液及び空試験液4.0mlずつ（製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合には8.0mlずつ）を量り、タール色素試験法中の重金属(4)の試験を行う。

炭酸アンモニウム

Ammonium Carbonate

含 量 本品は、アンモニア ($NH_3 = 17.03$) 30.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、アンモニアのにおいがある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)を呈する。また、本品の溶液（1→20）に硫酸マグネシウム試液を加えて加熱するとき、沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明（2.0g, 水20ml）

(2) 塩化物 Clとして0.004%以下（2.0g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.20ml）

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下

本品2.0gを量り、水浴上で揮散させ、残留物に酢酸（1→20）1mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。その残留物に酢酸（1→20）2mlを加えて溶かし、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 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下（0.50g, 第1法, 装置B）

強熱残分 0.01%以下（10g）

定 量 法 あらかじめ水約30mlを入れて精密に重量を量った共栓フラスコに本品約2.5gを量って入れた後、その重量を精密に量り、250mlのメスフラスコに移し、水を加えて正確に250mlとする。この液25mlを正確に量り、0.1mol/L塩酸50mlを正確に量って徐々に加え、過量の塩酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指

示薬 ブロモフェノールブルー試液 4～5滴)。

0.1mol/≒L塩酸 1 ml = ~~1.7031~~ 1.703mg NH₃

炭酸カリウム

Potassium Carbonate

K₂CO₃

分子量 138.21

Potassium carbonate ~~=[584-08-7]~~

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸カリウム (K₂CO₃) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品の水溶液 (1→10) は、カリウム塩の反応及び炭酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.053%以下

本品0.20gを量り、硝酸 (1→10) 3 mlを加えて煮沸し、冷後、試料液とする。比較液には0.01mol/≒L塩酸0.30mlを用いる。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水 2 ml及び塩酸 (1→4) 6 mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸 (1→20) 2 ml及び水約30mlを加えて溶かし、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50mlとする。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

本品2.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩酸 2 mlを徐々に加えた後、水を加えて20mlとする。この液 5 mlを量り、検液とする。装置 Bを用いる。

乾燥減量 5.0%以下 (180℃, 4時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約 1 gを精密に量り、水25mlを加えて溶かし、0.25mol/≒L硫酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 3滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.25mol/≒L硫酸 1 ml = ~~34.551~~ 34.55mg K₂CO₃

炭酸カルシウム

Calcium Carbonate

CaCO₃

分子量 100.09

Calcium carbonate ~~=[471-34-1]~~

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム (CaCO_3) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 本品 1 g に水 10 ml 及び酢酸 (1 → 4) 7 ml を加えるとき、泡立って溶ける。

この液を煮沸した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.20% 以下

本品 5.0 g を量り、水 10 ml を加え、かき混ぜながら徐々に塩酸 12 ml を滴加し、更に水を加えて全量を 200 ml とする。この液を定量分析用ろ紙 (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熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その重量質量を量る。

(2) 遊離アルカリ 本品 3.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 30 ml を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 20 ml を量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、紅色を呈しても、その色は、0.1 mol/l 塩酸 0.20 ml を加えるとき消える。

(3) 重金属 Pb として $20 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1 → 4) 8 ml を加えて溶かし、水を加えて約 20 ml とし、振り混ぜながら、わずかに白濁を生じるまでアンモニア試液を滴加し、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) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0% 以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1 → 10) 30 ml を徐々に加えて溶かし、煮沸して二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム溶液 (1 → 25) 60 ml を加え、水浴上で 1 時間加熱する。冷後、水を加えて 100 ml とし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液 50 ml を量り、硫酸 0.5 ml を加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その重量質量を量る。

(5) バリウム Ba として 0.030% 以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1 → 4) 8 ml を加えて溶かし、水を加えて 20 ml とし、検液とする。検液に酢酸ナトリウム 2 g、酢酸 (1 → 20) 1 ml 及びクロム酸カリウム溶液 (1 → 20) 0.5 ml を加え、15 分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の呈する濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液 0.30 ml に水を加えて 20 ml とし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

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

本品 0.50 g を量り、水 1 ml で潤し、塩酸 (1 → 4) 4 ml を加えて溶かし、これを検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 2.0% 以下 (200°C, 4 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、塩酸 (1 → 4) 10 ml に徐々に加えて溶かし、水を加えて正確に 100 ml とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第 1 法により 定量する。

0.05mol/~~1~~EDTA溶液 1 ml = 5.004mg CaCO₃

炭酸水素アンモニウム

Ammonium Bicarbonate

重炭酸アンモニウム

NH₄HCO₃

分子量 79.06

~~monoammonium hydrogen carbonate~~

Ammonium hydrogencarbonate ~~—[1066-33-7]—~~

含 量 本品は、アンモニア (NH₃ = 17.03) 20.0～30.0%を含む。

性 状 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、アンモニアのにおいがある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

「炭酸アンモニウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) 塩化物 Clとして0.004%以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(4)を準用する。

強熱残分 0.01%以下 (10g)

定 量 法 「炭酸アンモニウム」の定量法を準用する。

0.1mol/~~1~~塩酸 1 ml = ~~1.7031~~1.703mg NH₃

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate

重炭酸ナトリウム

重炭酸ソーダ

NaHCO₃

分子量 84.01

~~monosodium hydrogen carbonate~~

Sodium hydrogencarbonate ~~—[144-55-8]—~~

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸水素ナトリウム (NaHCO₃) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は結晶塊である。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.021%以下

本品0.50gを量り、硝酸(1→10) 5mlを加えて煮沸し、冷後、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mlを用いる。

(3) 炭酸塩 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水20mlを注意しながら加え、15℃以下の温度で水平に揺り動かして溶かす。この液に0.1mol/L塩酸2.0mlを加え、次にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき、直ちに紅色を呈さない。

(4) アンモニウム塩 本品1.0gを量り、加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

(5) 重金属 Pbとして10μg/g以下

本品2.0gを量り、水5ml及び塩酸(1→4) 20mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸(1→20) 2.0ml及び水約30mlを加えて溶かし、更に水を加えて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。

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品0.50gを量り、水3ml及び塩酸2mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 0.25%以下(4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約2gを精密に量り、水25mlを加えて溶かし、0.5mol/L硫酸で滴定する(指示薬 ブロモフェノールブルー試液3滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.5mol/L硫酸 1ml = 84.01mg NaHCO₃

炭酸ナトリウム

Sodium Carbonate

結晶物：炭酸ソーダ

無水物：ソーダ灰

分子量 1 ~~水塩~~水和物 124.00

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n = 1$ 又は 0)

無水物 105.99

Sodium carbonate monohydrate [5968-11-6, 1 水和物]

Sodium carbonate [497-19-8, 無水物]

~~無水物 [497-19-8]~~

定義 本品には、結晶物（1 ~~水塩~~水和物）及び無水物があり、それぞれを炭酸ナトリウム（結晶）及び炭酸ナトリウム（無水）と称する。

含量 本品を乾燥したものは、炭酸ナトリウム（ Na_2CO_3 ）99.0%以上を含む。

性状 結晶物は、白色の結晶性の粉末又は無～白色の結晶塊であり、無水物は、白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)及び(3)を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色，わずかに微濁（1.0g，水20ml）

(2) 塩化物 Clとして0.35%以下

本品0.50gを量り，硝酸（1→10）6mlを加えて煮沸し，冷後，水を加えて100mlとする。この液10mlを量り，試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.50mlを用いる。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品1.0gを量り，水10mlを加えて溶かし，塩酸（1→4）7.5mlを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸（1→20）2ml及び水30mlを加えて溶かし，更に水を加えて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 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下（0.50g，第1法，装置B）

乾燥減量 17.0%以下（105℃，4時間）

定量法 本品を乾燥し，その約0.6gを精密に量り，水50mlを加えて溶かし，0.5mol/L塩酸で滴定する（指示薬プロモフェノールブルー試液3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，冷却して滴定を続ける。

0.5mol/L塩酸 1ml = ~~26.497~~ 26.50mg Na_2CO_3

炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

~~{546-93-0}~~

含 量 本品は、酸化マグネシウム ($MgO=40.30$) として40.0~44.0%を含む。

性 状 本品は、白色の粉末又はもろい塊である。

確認試験 本品0.2gに塩酸(1→4) 3mlを徐々に加えるとき、泡立って溶ける。この液にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品1.0gを量り、塩酸(2→3) 10mlを加えて溶かし、更に水10mlを加え、検液とする。

(2) 水可溶物 1.0%以下

本品2.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水100mlを加え、かき混ぜながら5分間煮沸し、冷後ろ過し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとする。この液50ml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、その重量を量る。

(3) 重金属 Pbとして30 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4) 10mlを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に水約40mlを加えて溶かし、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3.0mlに酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。

(4) 酸化カルシウム CaOとして0.60%以下

本品0.600gを正確に量り、水35ml及び塩酸(1→4) 6mlを加えて溶かし、更に水250ml及び酒石酸溶液(1→5) 5mlを加える。この液にトリエタノールアミン溶液(3→10) 10ml及び水酸化カリウム溶液(1→2) 10mlを加え、5分間放置した後、0.01mol/L EDTA溶液で滴定し(指示薬 NN指示薬0.1g)、酸化カルシウムの含量を求める。終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/L EDTA溶液 1ml=0.5608mg CaO

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水1.5mlで潤し、塩酸(1→4) 3.5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

定 量 法 本品0.400gを正確に量り、水10ml及び塩酸(1→4) 3.5mlを加えて溶かし、水を加えて正確に500mlとする。この液25mlを正確に量り、水50ml及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7) 5mlを加え、0.01mol/L EDTA溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)。別に空試験を行い補

正して消費量 a ml を求め、更に純度試験(4)で得た 0.01mol/L EDTA 溶液消費量を b ml とし、次式により含量を求める。

$$\text{酸化マグネシウム (MgO) の含量} = \frac{(a - 0.033b) \times 0.8061}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

ダンマル樹脂

Dammar Resin

定 義 本品は、フタバガキ科サラノキ属 (*Shorea* spp.) 又はホペア属 (*Hopea* spp.)、若しくはナンヨウスギ科ナンヨウナギ属 (*Agathis* spp.) の植物の分泌液から得られた、樹脂と多糖類を主成分とするものである。~~本品は、ダンマルの分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。~~

性 状 本品は、粗製のものと精製したものがあり、粗製のものは白～黄又は茶色の不規則な形の粉末、片又は塊であり、精製したものは白～淡黄色の粉末、片又は塊である。

確認試験 (1) ~~本品の粉末~~粉末とした本品 1 g に水 100 ml を加えるとき、溶解せず、しない。粉末とした本品 1 g にトルエン 9 ml を加えるとき、ほとんど溶解する。

(2) ~~本品の粉末~~粉末とした本品をクロロホルム/トルエンに溶かした溶液 (1 → 10) を調製し、検液とする。検液 2 μl を量り、対照液を用いず、ジエチルエーテル/ヘプタン混液 (6 : 5) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行ない、展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、硫酸を噴霧し、105℃で10分間加熱するとき、Rf 値が 0.7 付近及び 0.8 付近にスポットを認める。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 105℃で2時間乾燥したものを使用し、する。~~展開溶媒の先端が約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、硫酸を噴霧し、105℃で10分間加熱する。~~

純度試験 (1) 酸価 20～40

本品の粉末約 1.0 g を精密に量り、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 軟化点 86～100℃

(i) 装置

概略は、図 1～5 による。

(装置図 1～5 は省略する。)

A : 鋼球 (径 9.5 mm, 重さ 3.5 g)

B : 環 (黄銅製で、その概略は、図 2 による)

C : 環の支持板 (金属製で、その概略は、図 3 による)

- D : 底板 (その概略は, 図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)
- E : 定置板 (その概略は, 図 5 による)
- F : 温度計 1 号 (その水銀球の中心が, 環の支持板 C の下面と同じ高さになるようにする)
- G : ガラス容器 (内径 85mm 以上, 高さ 127mm 以上)
- H : 環の支持孔
- I : 温度計の水銀球のはいる穴
- J : 対流孔 (径約 4 mm)

(ii) 操作法

本品をできるだけ低温で速やかに融解し, 平らな金属板の上に置いた環の中に泡ができないように注意して満たす。冷後, わずかに加熱した小刀で環の上端を含む平面から盛り上がった部分を切り取る。ガラス容器 G の中に支持器を入れ, あらかじめ沸騰させてから冷却した水を深さ 90mm 以上になるまで注ぐ。次に, 鋼球 A 及び試料を満たした環を互いに接触しないようにして水中に浸し, 20℃ で 15 分間保つ。その後, 環中の試料面の中央に鋼球をのせ, これを支持器上の定位置に置く。環上端から水面までの距離を 50mm に保ち, 温度計を置き, 温度計の水銀球の中心を環の中心と同じ高さとし, 容器を加熱する。加熱に用いるブンゼンバーナーの炎は, 容器の底の中心と縁との中間にあたるようにし, 40℃ に加熱後の水温の上昇割合は, 毎分 $5.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$ とする。試料が軟化して環から流れ落ち, 底板に接触するときの温度を測定する。ただし, 測定は 2 回以上行い, その平均値を軟化点とする。

(3) ヨウ素価 10~40

~~本品の粉末粉末とした本品約 1.0 ± 0.1 g を精密に量り, ガラス容器に入れる。この容器を 500ml の共栓フラスコ中に入れ, ~~クロロホルムトルエン~~ 10ml を加えて溶かし, 正確にウイス試液 25 ml を加えよく混和する。溶液が澄明にならないときは, ~~クロロホルムトルエン~~ を更に追加して澄明にした後, ~~する。密栓して遮光し, 20~30℃ で時々振り混ぜて 30 分間放置する。その後, ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20ml 及び水 100ml を加えて振り混ぜ, 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。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験と同様に操作する。~~~~

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a - b) \times 1.269}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

~~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 : 試料を用いたときの 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (ml)~~

(4) 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)

(5) 鉛 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法)

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

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 18時間)

灰分 0.5%以下

チアベンダゾール

Thiabendazole

$\text{C}_{10}\text{H}_7\text{N}_3\text{S}$

分子量 201.25

~~2-(4-thiazoyl)-1H-benzimidazole~~

2-(1,3-Thiazol-4-yl)-1H-benzo[d]imidazole ~~=[148-79-8]~~

含量 本品を乾燥したものは, チアベンダゾール ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{N}_3\text{S}$) 98.0~101.0%を含む。

性状 本品は, 白~類白色の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品5mgに塩酸(1→100)5mlを加えて溶かし, 更に塩酸パラフェニレンジアミン3mgを加えて溶かし, 次に亜鉛末約~~100mg~~0.1gを加え, 2分間放置するとき, 硫化水素のにおいがする。これに硫酸第二鉄アンモニウム・硫酸試液0.5mlを加えるとき, 液は, 青~青紫色を呈する。

(2) 本品5mgに塩酸(1→100)1,000mlを加えて溶かした液は, 波長298~306nm及び239~247nmに極大吸収部があり, 波長254~262nmに極小吸収部がある。

純度試験 (1) 融点 296~303°C (分解)

(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)

乾燥減量 0.50%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0.2gを精密に量り, 非水滴定用酢酸10mlを加え, 加温して溶かす。冷後, 無水酢酸50ml及び非水滴定用酢酸第二水銀試液1mlを加えた後, 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1ml)。終点は, 紫色から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 = ~~20.125~~20.12mg $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{N}_3\text{S}$

チアミン塩酸塩

Thiamine Hydrochloride

ビタミンB₁塩酸塩

C₁₂H₁₇ClN₄OS · HCl

分子量 337.27

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride ~~〔67-03-8〕~~

含量 本品を無水物換算したものは、チアミン塩酸塩 (C₁₂H₁₇ClN₄OS · HCl) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で、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) 本品の水溶液 (1→500) 1 mlに酢酸鉛試液 1 ml及び水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mlを加えるとき、液は、黄色となり、水浴上で加温するとき、褐色に変わり、更に放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 5 mlに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2.5 ml及び新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液 (1→10) 0.5 mlを加えた後、~~イソブチルアルコール~~ 2-メチル-1-プロパノール 5 mlを加え、2分間強く振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、~~イソブチルアルコール~~ 2-メチル-1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。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。

(3) 本品は、塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品1.0gを量り、水を加えて溶かし、~~10~~10 mlとした液は、澄明で、その色は $\frac{1}{60}$ mol/l ~~重~~クロム酸カリウム溶液1.5 mlを量り、水を加えて1,000 mlとした液の色より濃くない。

(2) 液性 pH2.7~3.4 (1.0g, 水100ml)

(3) 硫酸塩 SO₄として0.011%以下 (1.5g, 比較液 0.005 mol/l ~~重~~硫酸0.35 ml)

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

水分 5.0%以下 (0.50g, 直接滴定)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品及びチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約0.1gずつを精密に量り、それぞれを移動相と同一組成の液に溶かし、正確に50 mlとする。この液10 mlずつを正確に量り、それぞれに安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→50) 5 mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて50 mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 μlずつを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。~~それぞれの液~~ 検液及び標準液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比、Q_T及びQ_Sを求め、次式によ

り含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{チアミン塩酸塩 (C}_{12}\text{H}_{17}\text{ClN}_4\text{OS} \cdot \text{HCl}) \text{ の含量} \\ & \text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T \\ = & \frac{\quad}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \quad Q_S} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 ~~紫外部吸光検出器~~光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5~10 μ mの~~化合結合型オクタデシルシラン~~液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径約4mm, 長さ15~30cmのステンレス管

カラム温度 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを酢酸(1 \rightarrow 100)1,000mlに溶かし, この液600mlにメタノール/アセトニトリル混液(3:2)400mlを加える。

流量 チアミンの保持時間が約12分になるように調整する。

チアミン硝酸塩

Thiamine Mononitrate

ビタミンB₁硝酸塩

C₁₂H₁₇N₅O₄S

分子量 327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
~~mononitrate~~ ~~[532-43-4]~~

含 量 本品を乾燥したものは、チアミン硝酸塩 (C₁₂H₁₇N₅O₄S) 98.0～102.0%
を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわず
かに特異なおいがある。

確認試験 (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH6.5～8.0 (1.0g, 水50ml)

(2) 塩化物 Clとして0.057%以下 (0.25g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.40ml)

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

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品を乾燥したもの及びチアミン塩酸塩標準品（あらかじめ「チアミン塩酸
塩」と同様の方法で水分を測定しておく。）約0.1gずつを精密に量り、以下「チアミ
ン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

チアミン硝酸塩 (C₁₂H₁₇N₅O₄S) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad Q_S} \times 0.9706 \times 100 (\%)$$

チアミンセチル硫酸塩

Thiamine Dicetylsulfate

ビタミンB₁セチル硫酸塩

C₄₄H₈₄N₄O₉S₃ · H₂O

分子量 ~~927.39~~ 927.37

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
~~dihexadecylsulfate~~ ~~dicetylsulfate~~ monohydrate

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンセチル硫酸塩 (C₄₄H₈₄N₄O₉S₃ · H₂O)

96.0～102.0%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、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに塩化カリウム・塩酸試液20mlを加え、約30分間穏やかに煮沸し、冷後ろ過する。ろ液1mlに酢酸鉛試液1ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mlを加えるとき、液は、黄色となり、水浴上で加温すると褐色に変わり、更に放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) (1)のろ液1mlに水酸化ナトリウム溶液(1→50)5ml及び新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液(1→10)0.5mlを加えた後、~~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分間強く振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、~~イソブチルアルコール~~2-メチル-1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。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。

(3) 本品1gに水30ml及び塩酸15mlを加え、還流冷却器を付けて約4時間煮沸する。冷後、ジエチルエーテル15mlずつで2回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせて水洗した後、水浴上でジエチルエーテルを蒸発させて除く。残留物を100℃で15分間乾燥した後、冷却し、融点を測定するとき、46～56℃である。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

本品0.25gを量り、水30mlを加えてよく振り混ぜ、10分間放置した後、硝酸(1→10)6mlを加えて溶かし、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.01mol/l塩酸0.40mlに硝酸(1→10)6ml及び水を加えて50mlとする。

(2) 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)

乾燥減量 2.0%以下(24時間)

強熱残分 0.30%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.14gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し、冷後ろ過し、水50mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1,000)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.05gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1,000)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

チアミンセチル硫酸塩 ($C_{44}H_{84}N_4O_9S_3 \cdot H_2O$) の含量

無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量(g) Q_T

$$= \frac{\text{試料の採取量(g)}}{Q_S} \times \frac{2.749750}{1} \times 100(\%)$$

チアミンチオシアン酸塩

Thiamine Thiocyanate

ビタミンB₁ロダン酸塩

$C_{13}H_{17}N_5OS_2 \cdot H_2O$

分子量 ~~341.46~~ 341.45

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium

thiocyanate monohydrate ~~〔一水和物〕~~ [130131-60-1, 1 水和物]

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンチオシアン酸塩 ($C_{13}H_{17}N_5OS_2 \cdot H_2O$) (分子量 = 323.44) 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、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品の飽和溶液は、チオシアン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

本品0.25gを量り、水1.5ml、硝酸アンモニウム0.3g及び水酸化ナトリウム溶液(2→5)0.9mlを加えた後、振り混ぜながら過酸化水素3mlを徐々に滴加する。次に時々振り混ぜながら30分間水浴上で加熱し、冷後、硝酸(2→3)3ml及び水を加えて50mlとする。これにデキストリン溶液(1→50)0.1ml及び硝酸銀溶液(1→50)0.5mlを加えて5分間放置するとき、この液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、0.01mol/L塩酸0.40mlを量り、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(2) 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)

乾燥減量 6.0%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0.1gを精密に量り、塩酸(1→10,000)を加えて溶かして正確に200mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール液(1→50)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて50mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gを精密に量り、以下検液と同様に調製して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

$$= \frac{\text{チアミンチオシアン酸塩 (C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_2\text{S)} \text{ の含量}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}{Q_T} \times 0.9590 \times 100 (\%)$$

チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩

Thiamine Naphthalene-1, 5-Disulfonate

チアミンナフタリン-1,5-ジスルホン酸塩

ビタミンB₁ナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩

C₂₂H₂₄N₄O₇S₃ · H₂O

分子量 ~~570.67~~ 570.66

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
~~4,5-naphthalene-1,5-disulfonate monohydrate~~

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C₂₂H₂₄N₄O₇S₃ · H₂O = 552.65) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の微細な結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品 ~~10mg~~ 0.01g に塩酸 (1 → 10,000) 100ml を加えて溶かす。この液 5 ml に塩酸 (1 → 10,000) を加えて 100ml とした液は、波長 225~227nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 塩化物 Cl として 0.057% 以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

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

乾燥減量 5.0% 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 0.16g を精密に量り、塩酸 (1 → 1,000) 30ml を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、塩酸 (1 → 1,000) を加えて正確に 50ml とする。この液 10ml を正確に量り、塩酸 (1 → 1,000) 50ml を加えた後、メタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 25ml を正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 200) 5 ml を正確に加えた後、水を加えて 50ml とし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 0.1g を精密に量り、塩酸 (1 → 1,000) に溶かして正確に 50ml とする。以下検液と同様に調製して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

$$= \frac{\text{チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_7\text{S}_3) \text{ の含量}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g) } Q_T}{Q_S} \times 1.63869 \times 100 (\%)$$

チアミンラウリル硫酸塩

Thiamine Dilaurylsulfate

ビタミン B₁ ラウリル硫酸塩

C₃₆H₆₈N₄O₉S₃ · H₂O

分子量 ~~815.17~~ 815.16

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
didodecylsulfate ~~dilaurylsulfate~~ monohydrate

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンラウリル硫酸塩 (C₃₆H₆₈N₄O₉S₃ · H₂O) 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、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(3)を準用する。ただし、その融点は、20~28℃である。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

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

乾燥減量 2.0%以下 (24時間)

強熱残分 0.30%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.12gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し、冷後ろ過し、水50mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→1,000) 5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。) 約0.05gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→1,000) 5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量

を求める。

$$\begin{aligned} & \text{チアミンラウリル硫酸塩 (C}_{36}\text{H}_{68}\text{N}_4\text{O}_9\text{S}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量} \\ & \text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T \\ = & \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2.417\text{69} \times 100 \text{ (\%)} \end{aligned}$$

L-チロシン

L-Tyrosine

$C_9H_{11}NO_3$

分子量 181.19

(2S)-2-Amino-3-(4-hydroxyphenyl)propanoic acid ~~〔[60-18-4]〕~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-チロシン ($C_9H_{11}NO_3$) 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、においがなく、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、青紫色を呈する。

(2) 本品の飽和水溶液 5 ml に 塩化第二鉄 塩化鉄 (III) 溶液 (1→20) 1 ml を加え加熱するとき、液は、暗赤色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -10.5 \sim -12.5^\circ$

本品約 5 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸を加えて溶かし、~~正確に~~ 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、ほとんど透明 (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 0.10% 以下 (0.070 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、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ml = ~~18.119~~ 18.12 mg $C_9H_{11}NO_3$

L-テアニン

L-Theanine

$C_7H_{14}N_2O_3$

分子量 174.20

(2S)-2-Amino-4-(N-ethylcarbamoyl)butanoic acid ~~〔[3081-61-6]〕~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-テアニン ($C_7H_{14}N_2O_3$) 98.0~102.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに特異な味と甘味が

ある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ml にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ml を加え, 3 分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品約 1 g に塩酸 (1→2) 10 ml を加えて溶かし, 還流冷却器を付けて水浴上で 6 時間加熱した後, 水を加えて 20 ml とする。この液 5 ml を試験管に入れ, 水酸化トリウム 2 g を加え, 試験管の内部に水で潤した赤色リトマス紙をつるし, 試験管の口を覆い, 5 分間水浴中で加熱するとき, リトマス紙は青変する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +7.7 \sim +8.5^\circ$ (2.5g, 水, 50ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0g, 水 20ml)

(3) 液性 pH 5.0~6.0 (1.0g, 水 100ml)

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

(5) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

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

乾燥減量 0.50% 以下 (105°C, 3 時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.35g を精密に量り, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ml = ~~17.420~~ 17.42mg $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3$

デカナール

Decanal

デシルアルデヒド

$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$

分子量 156.27

~~1-decanal~~

Decanal ~~〔[112-31-2]〕~~

含量 本品は, デカナール ($\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}$) 93.0% 以上含む。

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 に亜硫酸水素ナトリウム試液 3 ml を加えて振り混ぜるとき, 直ちに発熱して結晶塊となる。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.427 \sim 1.435$

(2) 比重 0.826~0.835

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

(4) 酸価 10.0 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 1 ml = 78.13mg $C_{10}H_{20}O$

デカノール

Decanol

デシルアルコール

$C_{10}H_{20}O$

分子量 158.28

~~1-decanol~~

~~Decan-1-ol~~ ~~[[112-30-1]]~~

含 量 本品は、デカノール ($C_{10}H_{20}O$) 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 2～3 滴に過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5 ml及び硫酸 (1→20) 1 mlを加えて振り混ぜるとき、デカノールのにおいを発する。

純度試験 (1) 凝固点 5℃以上

(2) 屈折率 $n_D^{20} = 1.435 \sim 1.438$

(3) 比重 0.826～0.831

(4) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)

(5) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

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。

デカン酸エチル

Ethyl Decanoate

カプリン酸エチル

$C_{12}H_{24}O_2$

分子量 200.32

~~Ethyl decanoate~~ ~~[[110-38-3]]~~

含 量 本品は、デカン酸エチル ($C_{12}H_{24}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、ブランデーようのにおいがある。

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1時間加熱するとき、ブランデーようのにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、デカン酸のにおいを発する。~~

~~(2) 本品 1 mlにエタノール 1 mlを加えて溶かし、ヒドラジン (抱水) 0.4gを加え、還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後、析出した結晶塊をろ取し、少量~~

~~のエタノールで洗い、エタノールを用いて再結晶するとき、その融点は、97～100℃である。~~

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 $n_D^{20} = 1.424 \sim 1.427$

(2) 比重 0.864～0.867

(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 1ml = ~~100.16~~ 100.2mg C₁₂H₂₄O₂

鉄クロロフィリンナトリウム

Sodium Iron Chlorophyllin

性状 本品は、緑黒色の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) ~~「銅クロロフィリンナトリウム」の確認試験(1)に準じて検液を調製する。~~

本品1gを磁製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱し、できるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。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、放冷する。この残留物に塩酸(1→4)10mlを加えて水浴上で加熱して溶かし、必要があればろ過し、水を加えて10mlとし、試料液とする。~~検液は試料液を~~アンモニア試液で弱アルカリ性とした後、硫化水素試液10mlを加えて30分間放置し、ろ過する。ろ液及びろ紙上の残留物について、次の試験を行う。

(i) ろ液に塩酸(1→4)1mlを加え、この液につき、炎色反応試験を行うとき、黄色を呈する。

(ii) ろ紙上の残留物に硝酸(1→10)2mlを加えて溶かし、水を加えて5mlとする。この液にチオシアン酸アンモニウム溶液(2→25)2～3滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→1,000)1mlにリン酸緩衝液(pH7.5)を加えて100mlとした液の吸光度を測定するとき、波長396～400nm及び652～658nmに極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度をA₁及びA₂とするとき、A₁/A₂は9.5以下である。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (398 nm付近の極大吸収部) = 400以上 (乾燥物換算)

本品約0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、リン酸緩衝液(pH7.5)を加えて正確に100mlとし、速やかに吸光度

を測定する。ただし、操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

(2) 液性 pH9.5～11.0 (1.0g, 水100ml)

(3) 無機鉄塩 Feとして900 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水60mlを加えて溶かし、検液とする。検液2 μ lを量り、対照液を用いず、~~1~~1-ブタノール/水/酢酸混液(4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う~~い~~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、フェロシアン化ナトリウム溶液(1→1,000)を噴霧するとき、青色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シリカゲルを110℃で1時間乾燥したものを使用し、~~展開溶媒の先端が約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、フェロシアン化ナトリウム溶液(1→1,000)を噴霧する。~~する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 5.0%以下 (105℃, 2時間)

新規指定 2, 3, 5, 6-テトラメチルピラジン

デヒドロ酢酸ナトリウム

Sodium Dehydroacetate

C₈H₇NaO₄ · H₂O

分子量 ~~208.15~~208.14

Monosodium 3-acetyl-4-oxido-6-methyl-2H-pyran-2-one monohydrate [4418-26-2, 1水和物]

~~monosodium salt of 3-acetyl-6-methyl-2H-pyran-2,4(3H)-dione monohydrate~~

含量 本品を無水物換算したものは、デヒドロ酢酸ナトリウム(C₈H₇NaO₄ = 190.13) 98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに水1ml, サリチルアルデヒド・エタノール溶液(1→5) 3～5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→3)0.5mlを加えて水浴中で加熱するとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→100) 2mlに酒石酸カリウムナトリウム溶液(7→50) 3滴及び強酢酸第二銅試液2滴を加えて振り混ぜるとき、帯白紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色(0.50g, 水10ml)

(2) デヒドロ酢酸 本品0.5gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩酸(1→4) 1mlを加え、生じた沈殿をろ過し、水でよく洗うとき、その融点は、109～112℃である。

(3) 遊離アルカリ 本品1.0g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滴を加えるとき、紅色を呈しても、その色は、0.05mol/L硫酸0.30mlを加えるとき消える。

(4) 塩化物 Clとして0.011%以下

本品1.0gを量り、水30mlを加えて溶かし、よく振り混ぜながら硝酸(1→10)9.5mlを滴加し、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.01mol/L塩酸0.30mlに硝酸(1→10)6ml及び水を加えて50mlとする。

(5) 硫酸塩 SO₄として0.014%以下

本品1.0gを量り、水30mlを加えて溶かし、よく振り混ぜながら塩酸(1→4)3mlを滴加し、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.005mol/L硫酸0.30mlに塩酸(1→4)1ml及び水を加えて50mlとする。

(6) 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)

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

(8) 硫酸呈色物 本品0.30gを量り、試料とし、比色標準液Cを用いて試験を行う。

水分 8.3~10.0%(0.3g, 逆滴定)

定量法 本品約0.4gを精密に量り、非水滴定用酢酸50mlを加え、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する(指示薬 α-ナフトールベンゼイン試液10滴)。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。更に無水物換算を行う。

0.1mol/L塩素酸液1ml = ~~19.013~~ 19.01mg C₈H₇NaO₄

デュナリエラカロテン

Dunaliella Carotene

藻類カロチン

藻類カロテン

デュナリエラカロチン

ドナリエラカロチン

ドナリエラカロテン

抽出カロチン

抽出カロテン

定義 本品は、デュナリエラ (*Dunaliella bardawil*又は*Dunaliella salina*) の全藻から得られた、β-カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含量(色価) 本品は、β-カロテン(C₄₀H₅₆ = 536.88)として10%以上又は色価

($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) 2,500以上で、その表示量の95~115%を含む。

性状 本品は、暗だいたい~赤褐色の懸濁した油状の物質で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価2,500に換算して~~50mg~~0.05gに相当する量を取り、~~クロロホルム~~アセトン/シクロヘキサン混液(1:1) 5 mlを加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) 本品の表示量から、1 ml当たりβ-カロテンとして約~~40μg~~1 mgに相当する量の本品を含む~~クロロホルム~~アセトン/シクロヘキサン混液(1:1)溶液又は色価約1に相当する量の本品を含む~~クロロホルム~~アセトン/シクロヘキサン混液(1:1)溶液を調製し、する。この液1 mlにアセトンを加えて5 mlとし、~~に二塩化アンチモン試液 3 ml~~5%亜硝酸ナトリウム溶液1 ml、続けて0.5 mol/L硫酸1 mlを加えるとき、液の色は直ちに青色を呈する脱色される。

(3) 本品にシクロヘキサンを加えて溶かした液は、波長446~457 nm及び波長472~486 nmのいずれか、又は両者に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20 μg/g以下(1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0 ml)

(2) 鉛 Pbとして10 μg/g以下(1.0 g, 第1法)

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

定量法(色価測定法) 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。色価又は色価を250で除してβ-カロテンの含量を求める。

操作条件

測定溶媒 シクロヘキサン

測定波長 波長446~457 nmの極大吸収部

テルピネオール

Terpineol

C₁₀H₁₈O

分子量 154.25

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-ol (α-terpineol),

1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexan-1-ol (β-terpineol) and

1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexan-1-ol (γ-terpineol)

~~mixture of p-menth-1-en-8-ol (α-terpineol), p-menth-8-en-1-ol (β-terpineol), and p-menth-4-en-1-ol (γ-terpineol)~~

含量 本品は、テルピネオール(C₁₀H₁₈O) 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1 mlに無水酢酸1 ml及びリン酸1滴を加え、30℃で10分間放置した後、

水 1 ml を加え、振り混ぜながら温湯中で 5 分間加温する。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1 → 8) 8 ml を加えるとき、酢酸テルピニルのおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.482 \sim 1.484$

(2) 比重 0.932 ~ 0.938

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 2.0 ml)

定量法 本品 5.0 g 及びキシレン 20.0 g を正確に量り、フラスコに入れ、無水酢酸 10 ml 及び無水酢酸ナトリウム 1 g を加え、還流冷却器を付けて 6 時間穏やかに煮沸する。冷後、水 10 ml を加えて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採り、水層を分離する。油層を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) で洗液が中性になるまで洗った後、乾燥した容器に入れ、無水硫酸ナトリウム約 2 g を加えて振り混ぜ、約 30 分間放置し、ろ過する。このろ液約 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、4 時間とし、別に空試験を行い、次式により含量を求める。

テルピネオール ($C_{10}H_{18}O$) の含量

$$= \frac{\cancel{154.25} - 154.2 \times (a - b) \times 0.5}{[S - (a - b) \times 0.02102] \times 5/25 \times 1,000} \times 100 (\%)$$

ただし、a : 空試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (ml)

b : 本試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (ml)

S : ろ液の採取量 (g)

デンプングリコール酸ナトリウム

Sodium Carboxymethylstarch

性状 本品は、白色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 ml に塩酸 (1 → 4) 5 滴及びヨウ素試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、青～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 500) 1 ml にクロモトロープ酸試液 5 ml を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は、紫～紫紅色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 ml に硫酸銅溶液 (1 → 20) 5 ml を加えて振り混ぜるとき、淡青色の沈殿を生じる。

(4) 本品 1 g を 450 ~ 550 °C で 3 時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH 6.0 ~ 8.5 (1.0 g, 水 50 ml)

(2) 塩化物 Clとして0.43%以下

本品0.10gを量り、水10ml及び硝酸1mlを加え、水浴中で10分間加熱した後冷却し、必要があればろ過する。残留物を少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとする。この液25mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mlを用いる。

(3) 硫酸塩 SO₄として0.96%以下

本品0.10gを量り、水10ml及び塩酸1mlを加え、水浴中で10分間加熱した後冷却し、必要があればろ過する。残留物を少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mlとする。この液10mlを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mlを用いる。

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

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 10.0%以下 (105℃, 4時間)

デンプンリン酸エステルナトリウム

Sodium Starch Phosphate

性状 本品は、白～類白色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 (1) 本品0.1gに水10mlを加え、必要があれば振り混ぜながら加熱して均等な糊状とした後、冷却する。この液5滴に水10mlを加えて振り混ぜ、ヨウ素試液1滴を加えるとき、液は、青～赤紫色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、その約4gを精密に量り、水70mlを加え、かき混ぜながら加熱して均等な糊状とした後、40℃で30分間放置する。これにアミラーゼ試液20mlを加え、更に40℃で30分間放置した後、冷却する。この液を内径1cmのカラム管に強酸性陽イオン交換樹脂約20mlを用いて作った直径1cmの詰めた樹脂柱に注いで流出させる。流速は、1分間約2mlの速さに調整する。流出後、水150mlで樹脂柱を洗い、洗液を流出液に合わせ、水を加えて250mlとし、A液とする。

A液100mlを量り、内径1cmのカラム管に弱塩基性陰イオン交換樹脂約15mlを用いて作った直径1cmの詰めた樹脂柱に注いで流出させる。流速は、1分間約2mlの速さに調整する。流出後、水80mlで樹脂柱を洗い、洗液を流出液に合わせ、水を加えて200mlとし、B液とする。

B液20mlを量り、分解フラスコに入れ、弱く加熱して約2mlになるまで濃縮し、冷後、硫酸5ml及び過酸化水素3mlを加え、液が白煙を生じるまで穏やかに加熱する。冷後、水50mlを加えて15分間再び穏やかに煮沸する。冷後、冷却しながらアンモニア水又はアンモニア試液で中和し、水を加えて100mlとし、これをC液とする。

C液10mlに硫酸(3→10) 1ml, モリブデン酸アンモニウム試液 2ml及び1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1mlを加えるとき, 液は, 5分以内に緑青～青色を呈する。

(3) 本品 1gを450～550℃で3時間強熱して得た残留物は, ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH6.0～7.5

本品0.50gを量り, 水50mlを加え, 必要があれば振り混ぜながら加熱して均等な糊状とし, 放冷した液について測定する。

(2) 重金属 Pbとして30μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液3.0ml)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 結合リン 0.2～3.0%

確認試験(2)のC液10mlを量り, 硫酸(3→10) 1ml, モリブデン酸アンモニウム試液 2ml, 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1ml及び水を加えて25mlとし, 30分間放置した後, 検液とし, 波長740nmにおける吸光度を測定する。必要があればC液の採取量を調整し, 吸光度が0.2～0.7になるようにする。別にリン酸一カリウム標準液5.0mlを量り, 水を加えて1,000mlとする。この液5.0ml, 10ml及び20mlをそれぞれ量り, それぞれに硫酸(3→10) 1ml, モリブデン酸アンモニウム試液 2ml, 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1ml及び水を加えてそれぞれ25mlとし, 30分間放置した後, 波長740nmにおけるそれぞれの吸光度を測定し, 検量線を作成する。これらの対照液として硫酸(3→10) 1ml, モリブデン酸アンモニウム試液 2ml及び1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1mlを量り, 水を加えて25mlとした液を用いる。ここに得た検量線と検液の吸光度から結合リン量(mg)を求め, 試料の採取量に対する割合を求める。

(5) 無機リン 総リンに対し20%以下

確認試験(2)のA液10mlを量り, 分解フラスコに入れ, 以下確認試験(2)でB液よりC液を調製するときと同様に操作して得た液をD液とする。D液10mlを量り, 硫酸(3→10) 1ml, モリブデン酸アンモニウム試液 2ml, 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1ml及び水を加えて25mlとし, 30分間放置した後, 波長740nmにおける吸光度を測定する。必要があればD液の採取量を調整し, 吸光度が0.2～0.7になるようにする。以下(4)と同様に操作し, 総リンの量(mg)を求める。この値及び(4)で得た結合リンの量(mg)から次式により無機リンの総リンに対する割合を求める。

無機リンの総リンに対する割合

$$= \frac{\text{総リンの量 (mg)} - \text{結合リンの量 (mg)}}{\text{総リンの量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

総リンの量 (mg)

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 4時間)

トウガラシ色素

Paprika Color

Paprika Oleoresin

カプシカム色素

パプリカ色素

定義 本品は、トウガラシ (*Capsicum annuum* Linné) の果実から得られた、カプサンチン類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は300以上で、その表示量の95~115%を含む。

性状 本品は、暗赤色の粘りや粘稠な液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価300に換算して0.1gに相当する量を取り、アセトン100mlを加えて溶かした液は、黄だいたい色を呈する。

(2) 本品0.5gを量り、トルエン2mlを加えて溶かした液に硫酸0.2mlを加えるとき、暗青色を呈する。

(3) 本品のアセトン溶液は、波長450~460nm及び波長465~475nmのいずれか又は両者に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価300に換算して0.2gに相当する量を取り、アセトン20mlを加えて溶かした液を検液とする。検液5 μ lを量り、対照液を用いず、エタノール/シクロヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行ない、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、風乾するとき、Rf値が0.88~0.96及び0.75~0.90に黄赤色の主スポットを認める。このスポットの色は、~~三塩化アンチモン試液により暗青色を呈する~~5%亜硝酸ナトリウム溶液を噴霧し、続けて0.5mol/L硫酸を噴霧するとき、直ちに消える。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、三塩化アンチモン試液を噴霧する。~~

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 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 アセトン

測定波長 波長460nm付近の極大吸収部

銅クロロフィリンナトリウム

Sodium Copper Chlorophyllin

性状 本品は、青黒～緑黒色の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品1gを磁製のるつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱し、できるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。さらに、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、放冷する。この残留物に塩酸(1→4)10mlを加えて水浴上で加熱して溶かし、必要があればろ過し、水を加えて10mlとし、検液として次の試験を行う。

(i) 検液は、炎色反応試験を行うとき、初め緑色、続いて黄色を呈する。

(ii) 検液5mlにジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1→1,000)0.5mlを加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→1,000)1mlにリン酸緩衝液(pH7.5)を加えて100mlとした液の吸光度を測定するとき、波長403～407nm及び627～633nmに極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度を A_1 及び A_2 とすると、 A_1/A_2 は4.0以下である。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (波長405nm付近の極大吸収部) = 508以上 (乾燥物換算)

本品約0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、リン酸緩衝液(pH7.5)を加えて正確に100mlとし、速やかに吸光度を測定する。ただし、操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

(2) 液性 pH9.5～11.0 (1.0g, 水100ml)

(3) 無機銅塩 Cuとして300 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水60mlを加えて溶かし、検液とする。検液2 μ lを量り、対照液を用いず、~~1~~1-ブタノール/水/酢酸混液(4:2:1)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、ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1→1,000)を噴霧するとき、淡褐色のスポットを認めない。ただし、薄層板は、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~~、~~展開溶媒の先端が約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1→1,000)を噴霧する。~~

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

乾燥減量 5.0%以下 (105℃, 2時間)

銅クロロフィル

Copper Chlorophyll

性状 本品は、青黒～緑黒色の粉末、片、塊又は粘りや粘稠な物質で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 「銅クロロフィリンナトリウム」の確認試験(1)の(ii)を準用する。

(2) 本品~~10mg~~0.010gにジエチルエーテル50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム・メタノール溶液(1→100)2mlを加えて振り混ぜ、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、水10mlずつで3～5回抽出し、抽出液を合わせ、リン酸緩衝液(pH7.5)を加えて200mlとした液の吸光度を測定するとき、波長403～407nm及び630～640nmに極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度をA₁及びA₂とすると、A₁/A₂は4.0以下である。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (波長405nm付近の極大吸収部) = 62.0以上 (乾燥物換算)

本品約0.1gを精密に量り、ジエチルエーテル50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム・メタノール溶液(2→100)10mlを加えて振り混ぜ、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、水20mlずつで4回抽出し、抽出液を合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液をろ過し、ろ液5.0mlを正確に量り、リン酸緩衝液(pH7.5)を加えて正確に100mlとし、速やかに吸光度を測定する。ただし、この操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

(2) 無機銅塩 Cuとして~~300μg/g~~0.03%以下

「銅クロロフィリンナトリウム」の純度試験(3)を準用する。ただし、検液は、本品1.0gを量り、アセトン60mlを加えて溶かした液とする。

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) クロロフィリン塩 本品1.0gを量り、ジエチルエーテル30mlを加えて溶かし、水20mlを加えて振り混ぜる。静置した後、水層を水で湿らせたろ紙でろ過するとき、ろ液は、着色しない。

乾燥減量 3.0%以下 (105℃, 2時間)

d- α -トコフェロール

d- α -Tocopherol

α -ビタミンE

~~〔59-02-9〕~~

定 義 本品は、油糧種子から得られた植物油脂又はミックストコフェロール（植物油脂から得られた *d*- α -トコフェロール、*d*- β -トコフェロール、*d*- γ -トコフェロール及び *d*- δ -トコフェロールを主成分とするものをいう。）より分離して得られた、*d*- α -トコフェロールを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含 量 本品は、総トコフェロールとして40%以上を含み、*d*- α -トコフェロールは総トコフェロールの50%以上である。~~食用油脂を含むことがある。~~

性 状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品~~50mg~~0.05g~~を~~無水エタノール10ml~~を加えて~~に溶かし、硝酸2mlを加え、約75℃で15分間加熱するとき、液は、~~赤へ~~だいたい色だいたい～赤色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +24^\circ$ 以上

総トコフェロール約~~100mg~~0.1gに対応する量の本品を精密に量り、分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル50mlに溶かす。フェリシアン化カリウム2gを水酸化ナトリウム溶液(1→125)20mlに溶かし、先の分液漏斗に加え、3分間振り混ぜる。水50mlで4回洗い、ジエチルエーテル層を採りとり、無水硫酸ナトリウム約2gを加えて脱水した後、ろ過し、ろ液からジエチルエーテルを留去する。残留物を直ちにイソオクタン5mlに溶解し、旋光度を測定する。ただし、測定した液~~1ml~~中に存在するの総トコフェロールの~~g数~~濃度(g/ml)を用いて比旋光度を求める。

(2) 酸価 5.0以下 (~~油脂類試験法~~)

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

(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)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

定 量 法 総トコフェロール約~~50mg~~0.05gに対応する量の本品を精密に量り、褐色メスフラスコに入れ、~~ヘキサンを加えて溶かして~~正確に100mlとし、検液とする。別に定量用 *d*- α -トコフェロール、定量用 *d*- β -トコフェロール、定量用 *d*- γ -トコフェロール及び定量用 *d*- δ -トコフェロールをそれぞれ約0.05gずつ精密に量り、それぞれ褐色メスフラスコに入れ、~~ヘキサンを加えて溶かし、約0.050w/v%溶液を調製する~~正確に100mlとし、標準原液とする。~~これらの液を表示量から試料中のそれぞれの~~トコフェロールの組成比とほぼ同一同じになるように標準原液を正確に量って混合し、~~総トコフェロールの約0.050w/v%溶液を調製し、~~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 d - α -トコフェロール、 d - β -トコフェロール、 d - γ -トコフェロール及び d - δ -トコフェロールのピーク面積 $A_{T\alpha}$ 、 $A_{T\beta}$ 、 $A_{T\gamma}$ 及び $A_{T\delta}$ 並びに標準液の d - α -トコフェロール、 d - β -トコフェロール、 d - γ -トコフェロール及び d - δ -トコフェロールのピーク面積 $A_{S\alpha}$ 、 $A_{S\beta}$ 、 $A_{S\gamma}$ 及び $A_{S\delta}$ を測定し、次式により含量を求める。更に、 d - α -トコフェロールの総トコフェロールに対する比率 (%) を求める。

総トコフェロールの含量

$$= \left(\frac{A_{T\alpha}}{A_{S\alpha}} \times S_{\alpha} + \frac{A_{T\beta}}{A_{S\beta}} \times S_{\beta} + \frac{A_{T\gamma}}{A_{S\gamma}} \times S_{\gamma} + \frac{A_{T\delta}}{A_{S\delta}} \times S_{\delta} \right) \times \frac{100-l}{\text{試料の採取量(mg)}} \times 100(\%)$$

ただし、 S_{α} : 標準液100ml当たりの d - α -トコフェロールの濃度 (mg/ml) 量 (g)

S_{β} : 標準液100ml当たりの d - β -トコフェロールの濃度 (mg/ml) 量 (g)

S_{γ} : 標準液100ml当たりの d - γ -トコフェロールの濃度 (mg/ml) 量 (g)

S_{δ} : 標準液100ml当たりの d - δ -トコフェロールの濃度 (mg/ml) 量 (g)

操作条件

検出器 ~~紫外部吸収検出器~~紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム充てん剤 5~10 μ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径3~6mm、長さ15~25cmのステンレス管

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ~~n~~ヘキサン/~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノール混液 (200:1)

流量 d - α -トコフェロールの保持時間が約5分になるように調整する。

d l- α -トコフェロール

d l- α -Tocopherol

$C_{29}H_{50}O_2$

分子量 430.71

~~2,5,7,8-tetramethyl-2-[(4R,8R)-4,8,12-trimethyltridecyl]-6-chroman-6-ol~~

~~2,5,7,8-tetramethyl-2-[(4R,8R)-4,8,12-trimethyltridecyl]-6-chroman-6-ol~~

含量 本品は、 d l- α -トコフェロール ($C_{29}H_{50}O_2$) ~~96.0%以上~~96.0~102.0% を含む。

性状 本品は、淡黄~黄褐色の粘ちよう粘稠な液体で、においが無い。

確認試験 「 d - α -トコフェロール」の確認試験を準用する。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (292nm) = 71.0~76.0

本品約0.1gを精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に100mlとし、この液5mlを正確に量り、無水エタノールを加えて正確に100mlとし、吸光度を測定する。

(2) 屈折率 $n_D^{20} = 1.503 \sim 1.507$

(3) 溶状 澄明 (0.10g, 無水エタノール10ml)

(4) 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)

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

定量法 本品約0.1gを精密に量り、エタノール/硫酸混液(200:3)を加えて溶かし、正確に200mlとし、この液100mlを正確に量り、水20mlを加え、よくかき混ぜながら 0.005mol/l の硫酸第三セリウムアンモニウム溶液で滴定する(指示薬ジフェニルアミン試液2滴)。操作は、暗所で行い、滴加速度は、10秒間に約25滴とし、滴定の終点は、液の青紫色が10秒間持続するときとする。別に空試験を行い補正する。

0.005mol/l の硫酸第三セリウムアンモニウム溶液1ml = 2.1536mg $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$

本品及び *d*1- α -トコフェロール標準品約0.05gずつを精密に量り、それぞれを褐色メスフラスコに入れ、無水エタノールで正確に50mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $20 \mu\text{l}$ ずつ正確に量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の*d*1- α -トコフェロールのピークの高さ H_T 及び H_S を測定し、次式により含量を求める。

*d*1- α -トコフェロール($\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$)の含量

$$= \frac{\text{d}1\text{-}\alpha\text{-トコフェロール標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{H_T}{H_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長: 292 nm)

カラム充てん剤 $5 \mu\text{m}$ 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 35°C 付近の一定温度

移動相 メタノール/水混液(49:1)

流量 *d*1- α -トコフェロールの保持時間が約10分になるように調整する。

カラムの選定 本品及び酢酸*d*1- α -トコフェロール0.05gずつを無水エタノールに溶かす。この液 $20 \mu\text{l}$ につき、上記の条件で操作するとき、*d*1- α -トコフェロール、酢酸*d*1- α -トコフェロールの順に溶出し、その分離度が2.6以上のものを用いる。なお、上記の条件で標準液につき、試験を5回繰り返すとき、*d*1- α -トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は0.8%以下である。

トラガントガム

Tragacanth ~~gum~~Gum

[9000-65-1]

~~[9000-65-1]~~

定 義 本品は、トラガント (*Astragalus gummifer* Labillardière) の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性 状 本品は、白～帯白色の粉末又は白～淡黄白色で、半透明の平板若しくは薄片で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の粉末 1 g に水 50 ml を加えるとき、ほとんど均一のやや混濁した粘性の液となる。

(2) 本品の粉末約 1.0 g を水／グリセリン混液 (1 : 1) 2～3 滴及びヨウ素試液 1 滴を滴下した時計皿にとり、気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後、10 分間以上放置して試料を膨張させる。膨張した試料の少量をガラス棒の先でスライドガラスに塗抹し、その上に水／グリセリン混液 (1 : 1) 1 滴を滴加した後、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、青色を呈する少数のでんぷん粒を認める。ただし、対物レンズは 10 倍又は 40 倍を、接眼レンズは 10 倍を用いる。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 2.0% 以下

あらかじめガラスろ過器 (1G3) を 110℃ で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量質量~~を精密に量る。本品の粉末約 2 g を精密に量り、メタノール 95 ml を加え湿潤した後、60 ml の塩酸及び沸騰石を加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら 3 時間加熱する。先のガラスろ過器で温時吸引ろ過し、残留物を温水でよく洗い、更にメタノール 40 ml のメタノールで洗い、ガラスろ過器とともに 105℃ で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量質量~~を精密に量る。

(2) カラヤガム 本品 1.0 g に水 20 ml を加えて均一な粘ちよう粘稠な液となるまで加熱し、これに塩酸 5 ml を加えて 5 分間煮沸するとき、液は淡紅～赤色を呈さない。

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

(4) 鉛 Pb として 10 μ g/g 以下 (1.0 g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 17.0% 以下 (105℃, 5 時間)

灰 分 4.0% 以下

酸不溶性灰分 0.5% 以下

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 1 g につき、細菌数は 10,000 以下で

ある。また大腸菌は認めない。

トリプシン

Trypsin

定 義 本品は動物の膵臓，若しくは魚類又は甲殻類の臓器から得られた，たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

酵素活性 本品は，1 g当たり600,000単位以上の酵素活性を有する。

性 状 本品は，白～黄褐色の粉末若しくは顆粒又は淡褐色～褐色の液体若しくはペーストである。

純度試験 (4) 硫酸塩 SO_4 として48%以下

本品1.0gを量り，水を加えて溶かして1,000mlとし，この液50mlを検液とする。

比較液は，0.005mol/l硫酸50mlを用いる。

~~(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105.0 μ g/g以下 (1.02.0g, 第1法)

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

~~(4) 硫酸塩 SO_4 として48%以下~~

~~本品1.0gを量り，水を加えて溶かして1,000mlとし，この液50mlを検液とする。~~

~~比較液は，0.005 mol/l硫酸50mlを用いる。~~

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1 gにつき，細菌数は50,000以下である。また大腸菌は認めない。

酵素活性測定法

(i) 基質溶液

塩酸N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル0.0857gに水を加えて溶かし，正確に100mlとする。この液10mlを正確に量り，リン酸緩衝液 (pH7.6) を加えて正確に100mlとする。

(ii) 試料溶液

本品5,000～6,000単位に対応する量を精密に量り，0.001mol/l塩酸に溶かし，正確に100mlとする。

(iii) 操作法

0.001mol/l塩酸0.20mlを正確に量り，基質溶液3.0mlを加え混和し，水を対照とし，25±0.1℃で波長253nmにおける吸光度が0.050になるように調整する。次に，試料溶液0.20mlを正確に量り，基質溶液3.0mlを加え混和し，同様に吸光度を30秒毎に5分間測定し，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。ただし、その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1分間に吸光度を0.003変化させる酵素量を1単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g)} = \frac{\Delta A \times 100}{0.003 \times \text{試料の採取量 (mg)} \times 0.2} \times 1,000$$

D L-トリプトファン

D L-Tryptophan

$C_{11}H_{12}N_2O_2$

分子量 204.23

(2RS)-2-Amino-3-(1H-indol-3-yl)propanoic acid

~~(R,S)-2-amino-3-(1H-indol-3-yl)propanoic acid~~

~~[54-12-6]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、D L-トリプトファン ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかににおいがあり、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mlにニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mlを加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品0.2gに水100mlを加え、加温して溶かした液10mlにパラジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5 ml及び塩酸 (1→4) 2 mlを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は、赤紫~青紫色を呈する。

(3) 本品0.2gに水100mlを加え、加温して溶かした液は、旋光性がない。

純度試験 (1) 溶状 本品0.50gを量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 10mlを加えて溶かした液は、ほとんど澄明で、液の色は、比色標準液Cより濃くない。

(2) 液性 pH5.5~7.0

本品0.20gに水100mlを加え、加温して溶かした液について測定する。

(3) 塩化物 Clとして0.021%以下

本品0.50gを量り、硝酸 (1→10) 6 mlを加えて溶かし、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mlを用いる。

(4) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0g, 第4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

本品0.50gを量り、塩酸 (1→20) 5 mlを加え、加熱しながら溶かし、検液とする。

装置 B を用いる。

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 0.3g を精密に量り, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ml = ~~20.423~~ 20.42mg C₁₁H₁₂N₂O₂

L-トリプトファン

L-Tryptophan

C₁₁H₁₂N₂O₂

分子量 204.23

(2S)-2-Amino-3-(1H-indol-3-yl)propanoic acid ~~[73-22-3]~~

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-トリプトファン (C₁₁H₁₂N₂O₂) 98.0 ~ 102.0% を含む。

性状 本品は, 白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがいいか又はわずかににおいがあり, わずかに苦味がある。

確認試験 (1) 「DL-トリプトファン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品 1.0g に水 100ml を加え, 加温して溶かした液は, 左旋性であるが, これに水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) を加えてアルカリ性にすると, 右旋性になる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -30.0 \sim -33.0^\circ$

本品約 0.5g を精密に量り, 水約 40ml を加えて加温しながら溶かし, 冷後, 水を加えて正確に 50ml とし, 旋光度を測定し, 更に乾燥物換算を行う。

(2) 溶状 本品 0.50g を量り, 水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) 10ml を加えて溶かした液は, ほとんど澄明で, 液の色は, 比色標準液 C より濃くない。

(3) 液性 pH5.5 ~ 7.0

本品 1.0g を量り, 水 100ml を加え, 加温して溶かした液について測定する。

(4) 塩化物 Cl として 0.021% 以下

「DL-トリプトファン」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-トリプトファン」の純度試験(4)を準用する。

(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下

本品 0.50g を量り, 1 mol/L塩酸 3 ml 及び水 2 ml を加え, 加熱して溶かし, 検液とする。装置 B を用いる。

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 0.3g を精密に量り, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ml = ~~20.423~~ 20.42mg C₁₁H₁₂N₂O₂

新規指定 (050819) 2, 3, 5-トリメチルピラジン

DL-トレオニン

DL-Threonine

DL-スレオニン

C₄H₉NO₃

分子量 119.12

~~(2RS,3SR)-2-Amino-3-hydroxybutanoic acid~~ ~~[80-68-2]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、DL-トレオニン(C₄H₉NO₃) 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、においがいいか又はわずかに特異
なにおいがあり、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000) 5mlにニンヒドリン溶液(1→1,000) 1ml
を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→10) 5mlに過ヨウ素酸カリウム0.5gを加えて水浴中で加熱
するとき、発生するガスは水で潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品の水溶液(1→25)は、旋光性がない。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明(1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH5.0~6.5(1.0g, 水20ml)

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

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

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

(6) アロトレオニン 本品0.10gを量り、水を加えて溶かして50mlとし、検液とする。

検液5μlを量り、対照液を用いず、~~1~~-ブタノール/メチルエチルケトン/~~アンモ~~
~~ニア試液水/水~~アンモニア試液混液(5:3:1:1)を展開溶媒としてろ紙クロ
マトグラフィーを行~~う~~い、展開溶媒が約30cm上昇したとき展開をやめ、ろ紙を風乾
し、更に100℃で20分間乾燥した後、ニンヒドリン・アセトン溶液(1→50)を噴霧
し、100℃で5分間乾燥した後、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、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙2号を用い、~~展開溶媒が約30cm~~
~~上昇したとき展開をやめる。ろ紙を風乾し、更に100℃で20分間乾燥した後、ニンヒ~~
~~ドリン・アセトン溶液(1→50)を噴霧し、100℃で5分間乾燥した後、自然光下で~~
観察する使用する。

乾燥減量 0.20%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/~~1L~~過塩素酸液 1 ml = ~~11.912~~11.91mg C₄H₉NO₃

L-トレオニン

L-Threonine

L-スレオニン

C₄H₉NO₃

分子量 119.12

(2S,3R)-2-~~A~~mino-3-hydroxybutanoic acid ~~=[72-19-5]~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-トレオニン(C₄H₉NO₃) 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、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 「DL-トレオニン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品0.5gに水5mlを加え、加温して溶かし、以下「DL-トレオニン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -26.0 \sim -29.0^\circ$ (3.0g, 水, 50ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 水20ml)

(3) 液性 pH5.0~6.5 (1.0g, 水20ml)

(4) 塩化物 Clとして0.021%以下

「DL-トレオニン」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-トレオニン」の純度試験(4)を準用する。

(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。

(7) アロトレオニン 「DL-トレオニン」の純度試験(6)を準用する。

乾燥減量 0.20%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/~~1L~~過塩素酸液 1 ml = ~~11.912~~11.91mg C₄H₉NO₃

ナトリウムメトキシド

Sodium Methoxide

ナトリウムメチラート

CH_3ONa

分子量 54.02

~~sodium salt of methanol~~

Sodium methoxide ~~=[124-41-4]~~

含 量 本品は、ナトリウムメトキシド (CH_3ONa) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の微粉末で、吸湿性がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 100) は、アルカリ性である。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 1滴に硫酸 (1 → 20) 0.1ml及び過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 300) 0.2mlを加えて5分間放置する。これに無水亜硫酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 0.2ml及び硫酸 3mlを加え、更にクロモトローブ酸試液0.2mlを加えるとき、液は、赤紫～紫色を呈する。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品5.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、100mlとし、試料液とする。試料液20mlを量り、新たに煮沸し冷却した水30mlを加え、検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム Na_2CO_3 として0.5%以下

定量法(iii)に準じる。

(3) 水酸化ナトリウム NaOH として2.0%以下

定量法(iv)に準じる。

(4) 重金属 Pb として25 $\mu\text{g/g}$ 以下

(1)の試料液16mlを正確に量り、塩酸 (1 → 4) を徐々に加えて中和し、更に酢酸 (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) ヒ素 As_2O_3 として正確に4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

(1)の試料液10mlを量り、塩酸 (1 → 4) を徐々に加えて中和した後、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

定 量 法 (i) 水分測定用滴定フラスコを用いて本品約0.5gを精密に手早く量り、直ちにサリチル酸・メタノール試液10mlを加え、密栓して溶かし、冷後、水分測定法(カールフィッシャー法)中の直接滴定と同様の方法により試験を行う。別にサリチル酸・メタノール試液10mlについて空試験を行い、次式により水酸化ナトリウム及び炭酸ナトリウムの含量の和(A)を水酸化ナトリウム (NaOH) として求める。

$$A = \frac{(a - b) f \times 2.222}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 100 (\%)$$

ただし、 a : 本試験における水分測定用試液の消費量 (ml)

b : 空試験における水分測定用試液の消費量 (ml)

f : 水分測定用試液の 1 ml に対応する水の mg 数

(ii) 共栓三角フラスコを用いて本品約 2 g を精密に手早く量り、直ちに新たに煮沸し冷却した水約 50 ml を静かに加えて溶かす。この液に塩化バリウム溶液 (3 → 25) 10 ml を加え、栓をして 5 分間放置した後、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 滴)、次式によりナトリウムメトキシド及び水酸化ナトリウムの含量の和 (B) をナトリウムメトキシド ($\text{C}_2\text{H}_5\text{ONa}$) として求める。

$$B = \frac{0.054 \times 1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (ml)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(iii) (ii) の滴定後の液に 1 mol/L 塩酸 1 ml を加え、穏やかに約 5 分間煮沸し、冷却した後、過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、次式により炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) の含量 (C) を求める。

$$C = \frac{0.053 (1 - 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (ml)} \times 0.1)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(iv) 次式により水酸化ナトリウム (NaOH) の含量 (D) を求める。

$$D = A - (C \times 0.377) (\%)$$

(v) 次式によりナトリウムメトキシド ($\text{C}_2\text{H}_5\text{ONa}$) の含量 (E) を求める。

$$E = B - (D \times 1.350) (\%)$$

保存基準 密封容器に入れ、保存する

ニコチン酸

Nicotinic Acid

ナイアシン

$C_6H_5NO_2$

分子量 123.11

~~3-pyridinecarboxylic acid~~

Pyridine-3-carboxylic acid ~~[[59-67-6]]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、ニコチン酸 ($C_6H_5NO_2$) 99.5~101.0% 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、わずかに酸味がある。

確認試験 (1) 本品 5 mg に 2,4-ジニトロクロロベンゼン 10 mg を加えて混ぜ、数秒間加熱して融解し、冷後、エタノール製水酸化カリウム試液 4 ml を加えるとき、液は、暗紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 400) 20 ml に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) を加えて中和した後、硫酸銅溶液 (1 → 8) 3 ml を加えるとき、徐々に青色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 融点 234~238°C

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

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.019% 以下 (0.50 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.20 ml)

(4) 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)

乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 1 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、水 50 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 (指示薬フェノールフタレイン試液 5 滴)。更に乾燥物換算を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~12.311~~ 12.31 mg $C_6H_5NO_2$

ニコチン酸アミド

Nicotinamide

ナイアシンアミド

$C_6H_6N_2O$

分子量 ~~122.13~~ 122.12

~~3-pyridinecarboxamide~~

~~Pyridine-3-carboxamide~~ ~~[98-92-0]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、ニコチン酸アミド ($C_6H_6N_2O$) 98.5~101.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、苦味がある。

確認試験 (1) 「ニコチン酸」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 ~~20mg~~ 0.02g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ml を加えて穏やかに煮沸するとき、アンモニアのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 128~131°C

(2) 液性 pH6.0~7.5

本品1.0gを量り、水を加えて20mlとした液について測定する。

(3) 重金属 Pbとして30 μ g/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液3.0ml)

(4) 硫酸呈色物 本品0.20gを量り、試料とし、比色標準液Aを用いて試験を行う。

乾燥減量 0.50%以下 (4時間)

強熱残分 0.10%以下

定 量 法 本品約0.2gを精密に量り、酢酸30ml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1ml)。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し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1ml = ~~12.213~~ 12.21mg $C_6H_6N_2O$

二酸化ケイ素

Silicon Dioxide

シリカゲル

SiO_2

分子量 60.08

~~Silicon dioxide~~

含 量 本品を強熱したものは、二酸化ケイ素 (SiO_2) 94.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末、粒又はコロイド状の液体で、においが無い。

確認試験 本品0.2gを白金製のるつぼに入れ、フッ化水素酸5mlを加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

純度試験 (1) 水可溶物 乾燥物に対し5.0%以下

本品を105℃で2時間乾燥し、その5.0gを量り、水150mlを加え、電磁式かくはん器で15分間よくかき混ぜた後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45μm）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて250mlとする。この液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で2時間乾燥し、その重量質量を量る。

(2) 重金属 Pbとして30μg/g乾燥物以下

本品を105℃で2時間乾燥し、その5.0gを量り、塩酸（1→4）50mlを加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら1時間加熱し、冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液20mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に酢酸（1→20）2ml及び水20mlを加えて溶かし、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3.0mlに酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとする。

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g乾燥物以下

(2)のA液10mlを正確に量り、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 70.0%（コロイド状の液体にあっては83.0%）以下（105℃，2時間，次に1,000℃，30分間）

定量法 本品を強熱し、その約1gを精密に量り、あらかじめ1,000℃で30分間強熱してデシケーター中で放冷した白金製のるつぼに入れ、重量質量W(g)を精密に量り、エタノール4滴及び硫酸2滴を加え、更に十分量のフッ化水素酸を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固する。冷後、残留物にフッ化水素酸5mlを加え、蒸発乾固した後、50℃で1時間加熱し、更に徐々に温度を上げ、1,000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷する。次に重量質量w(g)を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量} = \frac{W(g) - w(g)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO₂

分子量 44.01

Carbon dioxide ~~—[124-38-9]—~~

含量 本品は、二酸化炭素（CO₂）99.5vol%以上を含む。

性状 本品は、無色の気体で、においが無い。

確認試験 本品を水酸化カルシウム試液中に通すとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿を分取し、酢酸（1→4）を加えると、気泡を発生しながら溶ける。

純度試験 本品の採取量は、20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとす。

- (1) 遊離酸 新たに煮沸し冷却した水50mlをネスラー管に入れる。内径約1mmのガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から2mm以内の所に保持し、15分間で本品1,000mlを通した後、メチルオレンジ試液0.1mlを加えるとき、液の色は、~~次の~~比較液の呈する色より濃くない。比較液は、0.01mol/L塩酸1.0mlにメチルオレンジ試液0.1mlを加え、更に新たに煮沸し冷却した水50mlを加え、調製する。
- (2) リン化水素、硫化水素及び還元性有機物 硝酸銀アンモニア試液25ml及びアンモニア試液3mlをネスラー管に入れ、本品1,000mlを光を避けて(1)と同様の方法で通すとき、液は、褐色を呈さない。
- (3) 一酸化炭素 本品5mlをガスクロマトグラフィー用ガス計量管又は注射器中に量り、次の条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、一酸化炭素のピーク位置にピークを認めない。

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器:0.02vol%の窒素を含む水素又はヘリウム4mlを導入したとき、記録紙上のピーク高さがフルスケールの50%以上であること

カラム充てん剤 297~500 μ mのガスクロマトグラフィー用ゼオライト

カラム管 内径3~4mm,長さ1~3mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

キャリアーガス及び流量 ~~水素又はヘリウムを用いる。30~80ml/分の一定量~~
流量 30~80ml/分の一定量

定量法 本品の採取には純度試験を準用する。

適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液（1→3）を入れる。次に本品100ml以上を、あらかじめ塩化ナトリウム溶液（3→10）を満たした100ml以上のガスビュレット中に正確に量り、これをガスピペットに移し、よく振り混ぜる。吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき、その容量を量り、V（ml）とし、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化炭素 (CO}_2\text{) の含量} = \frac{\text{試料の採取量 (ml)} - V \text{ (ml)}}{\text{試料の採取量 (ml)}} \times 100 \text{ (vol\%)}$$

二酸化チタン

Titanium Dioxide

TiO₂

分子量 ~~79.88~~ 79.87

Titanium dioxide ~~__E[13463-67-7]__~~

含 量 本品を乾燥したものは、二酸化チタン (TiO₂) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末で、においがなく、味がない。

確認試験 本品0.5gに硫酸5mlを加え、硫酸の蒸気が発生するまで穏やかに加熱する。冷後、水を徐々に加えて約100mlとし、ろ過する。このろ液5mlに過酸化水素試液を加えるとき、黄赤色から～だいたい赤色を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 0.25%以下

本品4.0gを量り、水50mlを加えて振り混ぜた後、一夜放置する。次に塩化アンモニウム溶液(1→10)2mlを加えて振り混ぜる。二酸化チタンの沈殿が沈降しない場合は、更に塩化アンモニウム溶液(1→10)2mlを追加する。放置して沈殿が沈降した後、水を加えて200mlとし、振り混ぜながらろ過する。初めのろ液10mlを捨て、次のろ液100mlを、あらかじめ重量質量を量った白金製のろつぼに入れ、蒸発乾固し、恒量になるまで強熱し、残留物の重量質量を量る。

(2) 塩酸可溶物 0.50%以下

本品5.0gを量り、塩酸(1→20)100mlを加えて振り混ぜ、水浴上で30分間時々かき混ぜながら加熱し、ろ過する。残留物を塩酸(1→20)10mlずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、残留物の重量質量を量る。

(3) 重金属 Pbとして10μg/g以下

本品10.0gを量り、250mlのビーカーに入れ、塩酸(1→20)50mlを加え、時計皿でふたをして煮沸するまで加熱し、更に15分間穏やかに煮沸した後、遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いたビーカー及び残留物を熱湯10mlずつで3回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。更に用いたろ紙を10～15mlの熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mlとし、これを試料液とする。試料液20mlを量り、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。標準液は、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 As_2O_3 として $1.3 \mu\text{g/g}$ 以下

(3)の試料液15mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 3時間)

強熱減量 0.50%以下 (乾燥物, 775~825°C)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、500mlの三角フラスコに移し、水5mlを加え、振り混ぜて乳状とし、硫酸30ml及び硫酸アンモニウム12gを加え、始めは徐々に加熱し、最後に強熱して溶かす。冷後、水120ml、塩酸40mlを加えて振り混ぜ、金属アルミニウム棒又は金属アルミニウム線3gを加え、直ちにゴム栓付きU字管を差し込み、他端は炭酸水素ナトリウム溶液(飽和)を入れた広口瓶に差し込み、水素を発生させる。金属アルミニウムが完全に溶けて液が透明澄明な紫色になった後、数分間放置し、流水で50°C以下になるまで冷却後、ゴム栓付U字管を取り外し、指示薬としてチオシアン酸カリウム溶液(飽和)3mlを加え、直ちに0.1mol/L硫酸第二鉄アンモニウム溶液で滴定し、液の薄い褐色が約30秒消えない点を終点とする。

二酸化チタン(TiO_2)の含量

$$\frac{0.007988 \times 0.1 \text{ mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム溶液の滴定量 (ml)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\frac{7.987 \times 0.1 \text{ mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム溶液の滴定量 (ml)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 100 (\%)$$

乳酸

Lactic Acid

~~2-hydroxypropanoic acid~~

定義 本品は、乳酸及び乳酸重縮合物の混合物である。

含量 本品は、乳酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3 = 90.08$) として40.0%以上でその表示量の95~105%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の固体又は無~淡黄色の澄明な液体で、においが無いか又はわずかに不快でないにおいがあり、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→10)は、酸性である。

(2) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 本品を濃度が40.0%となるように水を加え、必要があれば水浴中で加熱し、

溶かしてA液とし、次の試験を行う。

- (1) 溶状 A液を濃度が80%となるように濃縮し、その液10gを量り、ジエチルエーテル12mlを加えて混和するとき、その液は、澄明であるか、又は次の試験に適合する。ジエチルエーテルと混和した液をガラスろ過器（G3）でろ過し、残留物をジエチルエーテル10mlずつで3回、次にアセトン10mlで1回洗浄した後、ろ過器とともに50℃で14時間減圧乾燥するとき、その残留物は、0.07g以下である。（ジエチルエーテル不溶物 80%乳酸に対し、0.7%以下）
- (2) クエン酸，シュウ酸，酒石酸及びリン酸 A液2.0gを量り、水8ml及び水酸化カルシウム試液40mlを加えて2分間煮沸するとき、濁らない。
- (3) 硫酸塩 80%乳酸に対し、 SO_4 として0.010%以下（A液2.0g，比較液 0.005mol/L硫酸0.20ml）
- (4) シアン化物 A液2.0gを量り、水を加えて100mlとし、この液10mlを量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液（1→10）を液が紅色を呈するまで加える。更に水酸化ナトリウム溶液（1→10）1.5ml及び水を加えて20mlとし、水浴中で10分間加熱する。冷後、酢酸（1→20）で中和し、液の紅色が消えた後、更に1滴を加える。次にリン酸緩衝液（pH6.8）10ml及びクロラミンT試液0.25mlを加えて密栓して静かに振り混ぜ、3～5分間放置した後、ピリジン・ピラゾロン試液15ml及び水を加えて50mlとし、約25℃で30分間放置するとき、液は、青色を呈さない。
- (5) 重金属 80%乳酸に対し、Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下
A液4.0gを量り、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。
- (6) 鉄 80%乳酸に対し、Feとして $10\mu\text{g/g}$ 以下（A液2.0g，第1法，比較液 鉄標準液1.0ml）
- (7) ヒ素 80%乳酸に対し、 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下
A液2.0gを量り、水を加えて10mlとし、この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。
- (8) 揮発性脂肪酸 A液5.0gを量り、水浴上で加熱するとき、酪酸ようのにおいを発しない。
- (9) メタノール 80%乳酸に対し、 CH_3OH として0.20v/w%以下
A液10gを量り、水8ml及び炭酸カルシウム5gを加え、これを蒸留して初留液留分約5mlを量り、水を加えて100mlとし、検液とする。検液1.0mlを量り、リン酸（1→20）0.1ml及び過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.2mlを加え、10分間放置した後、無水亜硫酸ナトリウム溶液（1→5）0.4ml及び硫酸3mlを加え、更にク

ロモトローブ酸試液0.2mlを加えるとき、液の色は、比較液を検液と同様に操作して調製した液の色より濃くない。比較液は、メタノール1.0mlを量り、水を加えて100mlとし、この液1.0mlを量り、水を加えて100mlとする。

(10) 硫酸呈色物 A液5.0gを量り、15℃にし、あらかじめ15℃にした硫酸5mlに徐々に層積し、15℃に保つとき、15分以内に接界面に輪帯が生じても、その輪帯は、暗灰色を呈さない。

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品の乳酸約1.2gに対応する量を精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを正確に量って加え、更に水を加えて100mlとし、水浴上で20分間加熱し、熱時、過量のアルカリを0.5mol/L硫酸で滴定する（指示薬フェノールフタレイン試液1～2滴）。別に空試験を行う。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 90.08mg $C_3H_6O_3$

乳酸カルシウム

Calcium Lactate

分子量 5水塩水和物 ~~308.30~~308.29

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot nH_2O$ (n = 5, 3, 1 又は 0)

無水物 218.22

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) pentahydrate [5743-47-5, 5水和物]

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) trihydrate [139061-06-6, 3水和物]

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) monohydrate

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) [814-80-2, 無水物]

~~monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) [5水塩5743-48-6 無水物814-80-2]~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、乳酸カルシウム ($C_6H_{10}CaO_6$) 97.0～101.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 本品の水溶液(1→20)は、カルシウム塩の反応及び乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明

本品1.0gを量り、水20mlを加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 液性 pH6.0～8.0

本品1.0gを量り、水20mlを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液について測定する。

(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

本品1.0gを量り、酢酸（1→20）2ml及び水約35mlを加え、水浴上で加熱して溶かし、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) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0%以下

本品1.0gを量り、水約40mlを加えて溶かし、塩化アンモニウム0.5gを加えて煮沸し、これにシュウ酸アンモニウム溶液（1→25）約20mlを加え、水浴上で1時間加熱し、冷後、水を加えて100mlとし、ろ過する。ろ液50mlを量り、硫酸0.5mlを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで450～550℃で強熱し、残留物の重量質量を量る。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水2ml及び塩酸3mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 揮発性脂肪酸の塩 本品0.5gを量り、硫酸1mlを加えて水浴中で加熱するとき、酪酸ようのにおいを発しない。

乾燥減量 30.0%以下（120℃，4時間）

定量法 本品約2gを精密に量り、塩酸（1→4）20mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に100mlとし、検液とし、する。カルシウム塩定量法中の第1法により定量し、更に乾燥物換算を行う。

0.05mol/L EDTA 溶液 1ml = ~~10.911~~ 10.91mg $C_6H_{10}CaO_6$

乳酸鉄

Iron Lactate

含量 本品は、鉄（Fe=55.85）15.5～20.0%を含む。

性状 本品は、帯緑白～黄褐色の粉末又は塊で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5gを450～550℃で1時間強熱して得た残留物に塩酸（1→2）3mlを加えて加熱して溶かした液は、第二鉄塩の反応を呈する。

(2) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品1.0gを量り、水20mlを加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 塩化物 Clとして0.071%以下（0.10g、比較液 0.01mol/L塩酸0.20ml）

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.48%以下

本品0.20gを量り、水5mlを加えて溶かし、更に水を加えて10mlとする。この液2.0mlを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mlを用いる。

(4) 重金属 Pbとして50 μ g/g以下

本品0.40gを量り、磁製皿に入れ、王水3mlを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固す

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。磁製皿を塩酸（1→2）5 mlずつで2回洗い，洗液を分液漏斗に合わせる。次にジエチルエーテルを加えて振り混ぜた後，~~静置~~放置し，分離したジエチルエーテル層を除く操作を，ジエチルエーテル40mlずつで2回，更にジエチルエーテル20mlで1回行う。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加えて溶かし，水浴中で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）を滴加した後，酢酸（1→20）4 mlを加えてよく振り混ぜ，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，磁製皿に入れ，王水3 mlを加え，以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品1.0gを量り，水25mlを加えて溶かし，更に硫酸1 ml及び亜硫酸10mlを加え，約2 mlになるまで蒸発濃縮した後，水を加えて10mlとし，この液5 mlを量り，検液とする。装置Bを用いる。

(6) 硫酸呈色物及び酪酸塩 粉末とした本品0.5gを量り，硫酸1 mlを混和するとき，呈色しない。また酪酸ようのにおいを発しない。

定量法 本品約1 gを精密に量り，徐々に加熱して炭化し，硝酸1 mlを加え，液が飛散しないように注意しながら蒸発乾固した後，強熱する。残留物に塩酸（1→2）10 mlを加え，不溶物がほとんど無くなるまで煮沸した後，水20mlを加えてろ過する。不溶物を水洗し，洗液をろ液に合わせ，水を加えて正確に100mlとする。この液25mlを正確に量り，共栓フラスコに入れ，ヨウ化カリウム2 gを加え，直ちに密栓して暗所に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溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液）。別に空試験を行う。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 5.585mg Fe

乳酸ナトリウム

Sodium Lactate

乳酸ナトリウム液

$C_3H_5NaO_3$

分子量 112.06

~~Monosodium~~ 2-hydroxypropanoate [72-17-3]

含量 本品は，乳酸ナトリウム（ $C_3H_5NaO_3$ ）40.0%以上で，その表示量の95～110%を含む。

性状 本品は，無色澄明のシロップ状の液体で，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 本品は、ナトリウム塩の反応及び乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH6.5~7.5

本品1.0mlを量り、水5mlを加えて振り混ぜた液について測定する。

- (2) 硫酸塩 60%乳酸ナトリウムに対し、 SO_4 として0.012%以下（乳酸ナトリウム0.60gに対応する量、比較液 0.005mol/L硫酸0.25ml）
- (3) 重金属 60%乳酸ナトリウムに対し、Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下（乳酸ナトリウム0.60gに対応する量、第1法、比較液 鉛標準液2.0ml）
- (4) 鉄 60%乳酸ナトリウムに対し、Feとして $10\mu\text{g/g}$ 以下（乳酸ナトリウム0.60gに対応する量、第1法、比較液 鉄標準液1.0ml）
- (5) ヒ素 60%乳酸ナトリウムに対し、 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品の乳酸ナトリウム0.60gに対応する量を量り、水を加えて10mlとし、この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

- (6) 揮発性脂肪酸の塩 本品5gを量り、硫酸（1→20）2mlを加え、水浴上で加熱するとき、酪酸ようのにおいを発しない。
- (7) メタノール 60%乳酸ナトリウムに対し、 CH_3OH として0.20v/w%以下

本品の乳酸ナトリウム3.0gに対応する量を量り、水8mlを加え、これを蒸留して初留液約5mlを量り、水を加えて100mlとする。この液1.0mlを量り、以下「乳酸」の純度試験(9)を準用する。

定量法 本品の乳酸ナトリウム約0.3gに対応する量を精密に量り、水浴上で蒸発乾固し、これに酢酸/無水酢酸混液（4：1）60mlを加えて完全に溶かした後、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1ml）。終点は、液が青色となったときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.1\text{mol/L}\overline{\text{L}}\text{過塩素酸液}1\text{ml} = \frac{11.21}{100} = 11.21\text{mg } \text{C}_3\text{H}_5\text{NaO}_3$$

ニンジンカロテン

Carrot Carotene

キャロットカロチン

キャロットカロテン

ニンジンカロチン

抽出カロチン

抽出カロテン

定 義 本品は、~~にんじん~~ニンジン (*Daucus carota* Linné) の根から得られた、カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含量 (色価) 本品は、 β -カロテン ($C_{40}H_{56} = \frac{536.89}{536.87}$) として0.80%以上又は色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) 200以上で、その表示量の95~115%を含む。

性 状 本品は、赤褐~褐色の懸濁した油状の物質でわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価200に換算して1gに相当する量を取り、~~クロロホルム~~アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 10mlを加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) ~~「デューナリエラカロテン」の確認試験(2)を準用する。ただし、液は直ちに暗青色を呈する。(1)で調製したアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 溶液をアセトンで希釈した溶液 (1→25) 5 mlに5%硝酸ナトリウム溶液1 mlを加え、続けて0.5 mol/L硫酸1mlを添加するとき、液は直ちに脱色される。~~

(3) 本品にシクロヘキサンを加えて溶かした液は、波長445~460nm及び波長465~485nmのいずれか、又は両者に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 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)

(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3法, 装置B)

定量法 (色価測定法) 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。色価又は色価を250で除して β -カロテンの含量を求める。

操作条件

測定溶媒 シクロヘキサン

測定波長 波長445~460nmの極大吸収部

γ-ノナラクトン

γ-Nonalactone

ノナラクトン

$C_9H_{16}O_2$

分子量 156.22

~~4-pentyl-4-butanolide~~

~~5-Pentylidihydrofuran-2(3H)-one~~ ~~=[104-61-0]~~

含 量 本品は、γ-ノナラクトン ($C_9H_{16}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、甘いココナッツのようににおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 7 ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、ほとんど溶け、甘いココナッツのようににおいはなくなる。これを硫酸 (1→20) で酸性とし、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、油分を分離して甘いココナッツのようにおいを発する。~~

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 $n_D^{20} = 1.446 \sim 1.450$

(2) 比重 0.965～0.970

(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)

(4) 酸価 2.0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 = 78.11mg $C_9H_{16}O_2$

バニリン

Vanillin

ワニリン

$C_8H_8O_3$

分子量 152.15

~~4-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyde~~ ~~=[121-33-5]~~

含 量 本品は、バニリン ($C_8H_8O_3$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄色の針状結晶又は結晶性の粉末で、バニラのようにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水 10ml を加え、加温して溶かし、~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)溶液 (1→10) 3 滴を加えるとき、液は、青紫色を呈する。この液を約 80℃ に 5 分間加熱するとき、褐色となり、白～灰白色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 g に亜硫酸水素ナトリウム試液 5 ml を加え、温湯中で加温しながら振り混

せて溶かす。この液に硫酸（1→20）10mlを加え、60～70℃で約5分間加温した後、放置するとき、結晶が析出する。

純度試験 (1) 融点 81～83℃

(2) 溶状 澄明

本品1.0gを量り、水20mlを加え、80℃に加熱して溶かし、検液とする。

(3) 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）

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

乾燥減量 0.5%以下（4時間）

強熱残分 0.05%以下

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=76.07mg C₈H₈O₃

パパイン

Papain

定義 本品は、~~パパイン~~ パパイア (*Carica papaya* Linné) の果実より得られた、たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

酵素活性 本品は、1g当たり300,000単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 (1) 酢酸溶液(3→50)を加えて、pH5.5に調整した脱脂粉乳20%を含む乳液10mlに、本品0.01gを加え、37℃に加温するとき、この乳液は凝固する。

(2) 本品の水溶液(1→500)は、波長270～280nmに極大吸収部がある。

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

~~(2)~~ 鉛 Pbとして~~10~~5.0μg/g以下（~~1.0~~2.0g, 第1法）

~~(3)~~ ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下（0.50g, 第3法, 装置B）

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50,000以下である。また大腸菌は認めない。

酵素活性測定法

(i) 試料溶液

L-システイン塩酸塩8.75gを水約800mlに加えて溶かし、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム2.23gを加えて溶解した後、1mol/L水酸化ナトリウム溶液でpH4.5に調整し、水を加えて1,000mlとし、希釈液とする。

次に本品約0.50gを精密に量り、希釈液を加えて溶かし、正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、希釈液を加えて正確に50mlとする。この液を、必要があれば遠心分離し、上澄液を希釈液で希釈して1ml中に20～100単位を含む液を調製する。

(ii) 操作法

カゼイン試液 (pH8.0) 5 mlを正確に量り、試験管に入れ、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で5分間加温し、試料溶液1mlを加え、直ちに振り混ぜる。この液を $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で10分間反応させた後、トリクロロ酢酸試液5mlを加えて振り混ぜ、再び $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で30分間放置した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。最初の3mlを除いたろ液につき、水を対照とし、波長275nmにおける吸光度 A_T を測定する。別に試料溶液1mlを正確に量り、トリクロロ酢酸試液5mlを加えてよく振り混ぜた後、更にカゼイン試液(pH8.0)5mlを加えてよく振り混ぜて、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で30分間放置し、以下同様に操作して、吸光度 A_b を測定する。また、チロシン標準液につき、水を対照とし、波長275nmにおける吸光度 A_s を測定する。更に 0.1mol/L 塩酸につき、水を対照とし、波長275nmにおける吸光度 A_{s0} を測定し、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分間にチロシン $1\mu\text{g}$ に相当する吸光度の増加を与える酵素量を1単位とする。

本品中の酵素活性の単位(単位/g)

$$= \frac{(A_T - A_b) \times 50}{A_s - A_{s0}} \times \frac{11}{10} \times \frac{1,000}{W}$$

ただし、W：試料溶液1ml中の試料の量 (mg)

パーム油カロテン

Palm Oil Carotene

パーム油カロチン

抽出カロチン

抽出カロテン

定 義 本品は、アブラヤシ (*Elaeis guineensis* Jacquin) の果実から得られた、カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含量 (色価) 本品は、 β -カロテン ($\text{C}_{40}\text{H}_{56}$ = ~~536.88~~536.87) として30%以上又は色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) 7,500以上で、その表示量の95～115%を含む。

性 状 本品は、赤褐～褐色の懸濁した油状の物質で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価7,500に換算して~~15mg~~0.015gに相当する量をと

り、~~クロロホルム~~アセトン/シクロヘキサン混液（1：1）5 mlを加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) 「デュナリエラカロテン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「デュナリエラカロテン」の確認試験(3)を準用する。

純度試験 (1) 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）

(2) 鉛 Pbとして $10 \mu\text{g/g}$ 以下（1.0g, 第1法）

(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）

定量法（色価測定法） 「デュナリエラカロテン」の定量法（色価測定法）を準用する。

パーライト

Perlite

定 義 本品は、鉱物性二酸化ケイ素を $800\sim 1,200^\circ\text{C}$ で焼成したものである。

性 状 本品は、白色又は淡灰色の粉末である。

確認試験 本品0.2gを白金製のろつぼに採り、フッ化水素酸5 mlを加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

純度試験 (1) 液性 pH5.0～9.0

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径 $0.45 \mu\text{m}$ ）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液について測定する。

(2) 水可溶物 0.20%以下

(1)のA液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を 105°C で2時間乾燥し、その重量を量る。

(3) 塩酸可溶物 2.5%以下

本品2.0gを量り、塩酸（1→4）50mlを加え、時々振り混ぜながら 50°C で15分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）3 mlで洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸（1→20）5 mlを加え、蒸発乾固し、更に恒量になるまで $450\sim 550^\circ\text{C}$ で強熱し、残留物の重量を量る。

(4) 重金属 Pbとして $50 \mu\text{g/g}$ 以下

本品2.0gを量り、塩酸（1→4）50mlを加え、時計皿で覆い、攪拌しながら 70°C で15分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯10mlずつを用いて3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15mlで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて100mlとし、B液とする。B液20mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸（1→20）2ml及び水20mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、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) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下

(4)のB液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして10mlとし、検液とする。比較液は鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）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。

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

(4)のB液25mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 3.0%以下（105℃、2時間、次に1,000℃、30分間）

フッ化水素酸残留物 37.5%以下

あらかじめ白金製のるつぼを1,000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、重量質量を精密に量る。本品約0.2gを精密に量り、先の白金製のるつぼに入れ、重量質量を精密に量る。次にフッ化水素酸5ml及び硫酸（1→2）2滴を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固する。冷後、残留物にフッ化水素酸5mlを加え、穏やかにホットプレート上で蒸発乾固した後、550℃で1時間加熱し、徐々に温度を上げ、1,000℃で30分間強熱する。デシケーター中で放冷した後、重量質量を精密に量る。

パラオキシ安息香酸イソブチル

Isobutyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸イソブチル

C₁₁H₁₄O₃

分子量 194.23

2-Methylpropyl 4-hydroxybenzoate ~~—[4247-02-3]—~~

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸イソブチル（C₁₁H₁₄O₃）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、においが無い。

確認試験 (1)「パラオキシ安息香酸ブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸イソブチルのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 75～77℃

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(2)を準用する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(3)を準用する。

(4) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。

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

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.5%以下 (5時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法を準用する。

$1\text{mol/}\pm\text{L}$ 水酸化ナトリウム溶液 $1\text{ml} = \frac{194.23}{194.23} \times 194.2\text{mg}$ $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_3$

パラオキシ安息香酸イソプロピル

Isopropyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸イソプロピル

$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$

分子量 180.20

~~2-methylethyl 4-hydroxybenzoate~~

~~1-Methylethyl 4-hydroxybenzoate~~ ~~[[4191-73-5]]~~

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸イソプロピル ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$) 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、においが無い。

確認試験 (1) 「パラオキシ安息香酸ブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸イソプロピルのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 $84\sim 86^\circ\text{C}$

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(2)を準用する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(3)を準用する。

(4) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。

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

「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (5時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法を準用する。

1 mol/~~1~~水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~180.20~~ 180.2 mg C₁₀H₁₂O₃

パラオキシ安息香酸エチル

Ethyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸エチル

C₉H₁₀O₃

分子量 ~~166.18~~ 166.17

~~Ethyl 4-hydroxybenzoate~~ ~~[120-47-8]~~

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸エチル (C₉H₁₀O₃) 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、においが無い。

確認試験 (1) 「パラオキシ安息香酸ブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸エチルのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 115～118℃

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(2)を準用する。

(3) 硫酸塩 SO₄として0.024%以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(3)を準用する。

(4) 重金属 Pbとして10 μg/g以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (80℃, 2時間)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

定量法 「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法を準用する。

1 mol/~~1~~水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~166.18~~ 166.2 mg C₉H₁₀O₃

パラオキシ安息香酸ブチル

Butyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸ブチル

$C_{11}H_{14}O_3$

分子量 194.23

~~Butyl 4-hydroxybenzoate~~ ~~〔194-26-8〕~~

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸ブチル ($C_{11}H_{14}O_3$) 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、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.5gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mlを加え、30分間煮沸した後、蒸発濃縮して約5mlとする。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とし、生じた沈殿をろ取りし、水でよく洗い、105°Cで1時間乾燥するとき、その融点は、213~217°Cである。

(2) 本品0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸ブチルのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 69~72°C

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下

本品0.75gを量り、水15mlを加え、沸騰水浴中で1分間加熱し、冷却し、ろ過するとき、ろ液は、酸性又は中性である。ろ液10mlを量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.20ml及びメチルレッド試液2滴を加えるとき、その液は、黄色を呈する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下

本品1.0gを量り、熱湯100mlを加え、よく振り混ぜながら5分間加熱し、冷後、水を加えて100mlとし、ろ過し、ろ液40mlを量り、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 μ g/g以下

本品2.0gを量り、アセトン25mlを加えて溶かし、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にアセトン25ml、酢酸 (1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。

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

乾燥減量 0.50%以下 (5時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品を乾燥し、その約2gを精密に量り、1mol/L水酸化ナトリウム溶液40mlを正確に量って加え、30分間煮沸し、冷後、過量のアルカリを0.5mol/L硫酸で滴定する (指示薬プロモチモールブルー試液5滴)。終点の色は、リン酸緩衝液 (pH6.5) に同じ指示薬を加えたときの色とする。別に空試験を行う。

1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml = ~~194.23~~ 194.2mg $C_{11}H_{14}O_3$

パラオキシ安息香酸プロピル
Propyl *p*-Hydroxybenzoate
パラヒドロキシ安息香酸プロピル

$C_{10}H_{12}O_3$

分子量 180.20

~~Propyl 4-hydroxybenzoate~~ ~~〔94-13-3〕~~

含 量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸プロピル ($C_{10}H_{12}O_3$) 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、においが無い。

確認試験 (1) 「パラオキシ安息香酸ブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品0.05gに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸プロピルのにおいを発する。

純度試験 (1) 融点 95~98℃

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(2)を準用する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(3)を準用する。

(4) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下
「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (5時間)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

定 量 法 「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法を準用する。

1 mol/~~1~~水酸化ナトリウム溶液 1 ml = ~~180.20~~ 180.2mg $C_{10}H_{12}O_3$

パラメチルアセトフェノン

p-Methylacetophenone

$C_9H_{10}O$

分子量 134.18

~~1-(4-methylphenyl)ethanone~~

~~1-(4-Methylphenyl)ethanone~~ ~~—[[122-00-9]]—~~

含 量 本品は、パラメチルアセトフェノン ($C_9H_{10}O$) 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し、~~1,680~~
~~—cm⁻¹—~~、~~1,605cm⁻¹—~~、~~1,358cm⁻¹—~~、~~1,268cm⁻¹—~~及び~~815cm⁻¹—~~のそれぞれの付近
に吸収帯を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 $n_D^{20} = 1.532 \sim 1.535$

(2) 比重 1.005~1.008

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)

(4) ハロゲン化合物 香料試験法による

定 量 法 本品約 1 g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、加熱時間は、1時間とする。

0.5mol/L塩酸 1 ml = 67.09mg $C_9H_{10}O$

L-バ リ ン

L-Valine

$C_5H_{11}NO_2$

分子量 117.15

~~(S)-2-amino-3-methylbutyric acid~~

~~(2S)-2-Amino-3-methylbutanoic acid~~ ~~—[[72-18-4]]—~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-バリン ($C_5H_{11}NO_2$) 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、においがいいか又はわずかに特異
なにおいがあり、わずかに特異な味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 mlにニンヒドリン溶液 (1 → 1,000) 1 mlを加
え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +26.5 \sim +29.0^\circ$ (4.0g, 塩酸 (1 → 2), 50ml,
乾燥物換算)

(2) 溶状 無色, 澄明 (0.50g, 水20ml)

- (3) 液性 pH5.5~7.0 (1.0g, 水30ml)
- (4) 塩化物 Clとして0.021%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30ml)
- (5) 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)
- (6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第2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 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1ml = ~~11.715~~ 11.71mg C₅H₁₁NO₂

パントテン酸カルシウム

Calcium Pantothenate

C₁₈H₃₂CaN₂O₁₀

分子量 ~~476.54~~476.53

~~monocalcium bis-[(R)-N-(2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutyryl)-3-aminopropanoate]~~

Monocalcium bis{3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate} ~~—[137-08-6]—~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、窒素 (N = 14.01) 5.7~6.0%及びカルシウム (Ca = 40.08) 8.2~8.6%を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

確認試験 (1) 本品 ~~50mg~~0.05gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mlを加えて溶かし、硫酸銅溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品 ~~50mg~~0.05gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mlを加え、1分間煮沸し、冷後、塩酸 (1→4) 2ml及び塩化第二鉄塩化鉄(III)溶液 (1→10) 2滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→20) は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$ (乾燥後, 1.25g, 水, 25ml)

(2) 液性 pH7.0~9.0

本品2.0gを量り、水を加えて10mlとした液について測定する。

(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) アルカロイド 本品 ~~50mg~~0.050gを量り、水5mlを加えて溶かし、モリブデンアンモニウム試液0.5ml及びリン酸 (1→10) 0.5mlを加えるとき、白色の混濁を生じない。

乾燥減量 5.0%以下 (105°C, 3時間)

定量法 (1) 窒素 本品約 ~~50mg~~0.05gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) カルシウム 本品約2.5gを精密に量り、塩酸（1→4）5ml及び水20mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に50mlとし、検液と~~し、~~する。カルシウム塩定量法中の第1法により定量し、更に乾燥物換算を行う。

0.05mol/~~L~~EDTA溶液 1 ml = ~~2.0039~~2.004mg Ca

パントテン酸ナトリウム

Sodium Pantothenate

C₉H₁₆NNaO₅

分子量 241.22

~~monosodium (R)-N-(2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutyryl)-3-aminopropanoate~~

Monosodium 3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate ~~=[75033-16-8]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、窒素（N = 14.01）5.6～6.0%及びナトリウム（Na = 22.99）9.3～9.7%を含む。

性 状 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに酸味がある。

確認試験 (1) 「パントテン酸カルシウム」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品の水溶液（1→20）は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$ （乾燥後、1.25g、水、25ml）

(2) 液性 pH9.0～10.0

本品2.0gを量り、水を加えて10mlとした液について測定する。

(3) カルシウム 本品1.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、酢酸（1→20）0.5ml及びシュウ酸アンモニウム溶液（1→25）0.5mlを加えるとき、沈殿を生じない。

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

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

(6) アルカロイド 「パントテン酸カルシウム」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 5.0%以下（減圧、24時間）

定 量 法 (1) 窒素 本品約~~50mg~~0.05gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) ナトリウム 本品約0.6gを精密に量り、酢酸50mlを加えて溶かした後、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1ml）。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し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/~~L~~過塩素酸液 1 ml = ~~2.2990~~2.299mg Na

新規指定 ビオチン

微結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

結晶セルロース

定 義 本品は、パルプから得られた、結晶セルロースを主成分とするものである。
本品には、乾燥物及び含水物がある。

性 状 乾燥物は、白～類白色の流動性がある結晶性の粉末であり、含水物は、白～
類白色の湿った綿状又は湿った餅状の塊で、においが無い。

確認試験 (1) 乾燥物の場合は、本品20gを標準網ふるい38 μ mに入れ、減圧吸引型ふるい分け機を用い5分間操作する。ふるい上の残留物の質量が5%以上の時は本品30gに水270mlを加え、又は5%未満の時は本品45gに水255mlを加え、あらかじめスパーテルで軽くかき混ぜる。含水物の場合は、乾燥物換算して30gに対応する量の本品に水を加えて300gとし、あらかじめスパーテルで軽くかき混ぜる。その後、かき混ぜ機を用いて高速度（毎分18,000回転）で5分間かき混ぜ、その100mlを100mlのメスシリンダーに入れ、3時間放置するとき、液は白色不透明で、気泡のない分散状態を呈し、液の分離を認めない。

(2) 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) 液性 pH5.0～7.5

乾燥物換算して5.0gに対応する量の本品を量り、新たに煮沸し冷却した水40mlを加え、20分間振り混ぜた後、遠心分離して得た上澄液について測定する。

(2) 水可溶物 0.26%以下

乾燥物換算して約5.0gに対応する量の本品を精密に量り、水を加えて85gとし、10分間振り混ぜた後、ろ紙（5種C）を用いて吸引ろ過する。あらかじめ乾燥し重量質量を精密に量ったビーカーにろ液を入れ、焦がさないように蒸発乾固した後、105℃で1時間乾燥し、デシケーターで放冷後、重量質量を精密に量る。別に空試験を行い、補正する。

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下（乾燥物換算して2.0gに対応する量、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml）

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下（乾燥物換算して0.50gに対応する量、第3法、装置B）

(5) デンプン 確認試験(1)で得られた液20mlにヨウ素試液を数滴加え、かき混ぜるとき、青紫色又は青色を呈さない。

乾燥減量 乾燥物 7.0%以下 (105℃, 3時間)
含水物 40.0~70.0% (4g, 105℃, 3時間)
強熱残分 0.05%以下 (乾燥物換算して2gに対応する量)

L-ヒスチジン

L-Histidine

$C_6H_9N_3O_2$

分子量 ~~155.16~~ 155.15

~~(S)-2-amino-3-(1H-imidazol-3-yl)propanoic acid~~

(2S)-2-Amino-3-(1H-imidazol-4-yl)propanoic acid ~~—[71-00-1]—~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-ヒスチジン ($C_6H_9N_3O_2$) 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、においがなく、味はわずかに苦い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000) 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) 本品の水溶液(1→100) 5 mlに臭素試液 2 mlを加えるとき、黄色を呈し、穏やかに
加熱するとき、無色となり、次に赤褐色を経て類黒色の沈殿を生じる。

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

本品約11gを精密に量り、6 mol/l L塩酸を加えて溶かして正確に100ml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 (1.0g, 水40ml)

(3) 液性 pH7.0~8.5 (1.0g, 水50ml)

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

(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水約20mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加
え、塩酸(1→4)で中和し、更に酢酸(1→20) 2 ml及び水を加えて50mlとし、検液とし、
試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mlを用いる。

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

乾燥減量 0.30%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品約0.3gを精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/l L過塩素酸液 1 ml = ~~15.516~~ 15.52mg $C_6H_9N_3O_2$

L-ヒスチジン塩酸塩

L-Histidine Monohydrochloride

$C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$

分子量 209.63

(2S)-2-Amino-3-(1H-imidazol-4-yl)propanoic acid monohydrochloride monohydrate [7048-02-4]

~~(S)-2-amino-1H-imidazole-4-propanoic acid monohydrochloride monohydrate~~

含 量 本品を乾燥したものは、L-ヒスチジン塩酸塩($C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 98.0~101.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、苦味とわずかに酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1,000) 5mlにニンヒドリン溶液(1→1,000) 1mlを加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→100) 5mlに臭素試液2mlを加えるとき、液は、黄色を呈し、穏やかに加熱するとき、無色となり、次に赤褐色を経て類黒色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1→10)に水酸化ナトリウム溶液(1→5)を加えてアルカリ性とした液は、左旋性であるが、これに塩酸を加えて酸性とすると、右旋性になる。

(4) 本品は、塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +8.5 \sim +10.5^\circ$ (5.5g, 塩酸(1→2), 50ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色、ほとんど澄明(1.0g, 水10ml)

(3) 液性 pH3.5~4.5(1.0g, 水20ml)

(4) 重金属 Pbとして $20 \mu g/g$ 以下(1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

乾燥減量 0.30%以下(105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、ギ酸2mlを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸液15mlを正確に量って加え、水浴上で30分間加熱する。冷後、酢酸を加えて60mlとし、過量の過塩素酸を0.1mol/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1ml)を用いる場合は、液の黄色が黄緑色を経て青緑色になるときとする。別に空試験を行う。

$0.1 \text{ mol/L} \overline{\text{L}}$ 過塩素酸液 1 ml = ~~10.482~~ 10.48 mg $C_6H_9N_3O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$

ビスベンチアミン

Bisbentiamine

ベンゾイルチアミンジスルフィド

$C_{38}H_{42}N_8O_6S_2$

分子量 ~~770.93~~ 770.92

~~N,N' -[dithiobis{2-[2-(benzoyloxy)ethyl]-1-methyl-2,1-ethenediyl}] bis[N-(4-amino-2-methyl-5-pyrimidinyl)methyl]formamide]~~
 N,N' -(Disulfanediybis{2-[2-(benzoyloxy)ethyl]-1-methylethene-2,1-diyl})bis{N-[(4-amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]formamide} ~~—[2667-89-2]—~~

含 量 本品を乾燥したものは、ビスベンチアミン ($C_{38}H_{42}N_8O_6S_2$) 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、においがなく、味はやや苦い。

確認試験 (1) 本品 ~~50mg~~ 0.05g にメタノール 5 ml を加え、加温して溶かし、~~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) / 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (3→20) の混液 (1 : 1) 2 ml を加え、50～60℃ の水浴中で 2 分間加温する。この液に塩酸 0.8 ml 及び 塩化第二鉄 塩化鉄(Ⅲ) 溶液 (1→10) 0.5 ml を加え、更に水 8 ml を加えるとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg にメタノール 1 ml を加え、加温して溶かし、水 2 ml、塩酸システイン溶液 (1→100) 2 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 ml を加えて振り混ぜ、5 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) 1 ml 及び ~~イソブチルアルコール~~ 2-メチル-1-プロパノール 5 ml を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、~~イソブチルアルコール~~ 2-メチル-1-プロパノール 層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

純度試験 (1) 融点 140～145℃ (分解)

(2) 溶状 無色、澄明 (0.10g, メタノール 20ml)

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

乾燥減量 0.50% 以下 (24時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、酢酸 50ml 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 1 ml)。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 = ~~38.547~~ 38.55mg $C_{38}H_{42}N_8O_6S_2$

ビタミンA脂肪酸エステル

Vitamin A Esters of Fatty Acids

定 義 本品には、ビタミンAの酢酸エステル及びビタミンAのパルミチン酸を主体とする脂肪酸エステルがある。

含 量 本品1gは、ビタミンAとして450mg以上を含有し、表示量の90～120%のビタミンAを含む。ただし、ビタミンA300mgは、100万国際単位に相当する。

性 状 本品は、淡黄～帯赤淡黄色の結晶又は油脂状の物質で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) ~~本品50mgにクロロホルムを加えて溶かし、その1ml当たりビタミンAを約3μg含むように調製した後、この液1mlに三塩化アンチモン試液5mlを加えるとき、液は、青色を呈し、その色は、直ちに退色する。~~

本品のビタミンAとして1,500単位に相当する量を取り、石油エーテル5mlに溶かし、検液とする。検液5μlを量り、シクロヘキサン/ジエチルエーテル混液(4:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行ない、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、紫外線照射(主波長:254nm)により検出するとき、Rf値が0.09付近、0.45付近あるいは0.62付近に、それぞれビタミンA、ビタミンA酢酸エステル及びビタミンAパルミチン酸エステルに対応するスポットを認める。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(蛍光剤入り)を105℃で2時間乾燥したものを使用する。

(2) ~~本品50mg0.05gに~~ビタミンA測定用イソプロピルアルコール2-プロパノールを加えて溶かし、その1ml当たりビタミンAを約3μg含むように調製した液は、波長324～328nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 酸価 2.8以下

本品約2gを精密に量り、~~エタノール20mlを加えて溶かし、~~油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

~~(2) クロロホルム不溶物 本品0.5gを量り、クロロホルム3.0mlを加えて溶かすとき、不溶物を認めない。~~

(2) 吸光度比 本品のビタミンA ~~60mg~~0.060gに相当する量を精密に量り、ビタミンA測定用イソプロピルアルコール2-プロパノールに溶かし、正確に100mlとする。この液51mlを正確にとり、ビタミンA測定用イソプロピルアルコール2-プロパノールを加えて正確に~~50~~200mlとし、検液とする。この液につき、波長300nm, 310nm, 320nm, 326nm, 330nm, 340nm及び350nmにおける吸光度を測定し、326nmの吸光度Aを1,000としたときの各波長における吸光度の比を求めるとき、それぞれの吸光度比は、表に示す値の±0.030の範囲にある。

波長 (nm)	吸光度の比	
	ビタミンA酢酸エステル	ビタミンAパルミチン酸エステル
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
326	1.000	1.000
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

定量法 純度試験(3)の検液の波長326nmにおける吸光度Aより、次式により含量を求める。

$$\text{ビタミンAの含量 (mg)} = \frac{A \times V}{W \times 100} \times 0.570$$

ただし、V：測定に用いた検液の総ml数

W：検液V ml中の試料のg数

ビタミンA油

Vitamin A in Oil

油性ビタミンA脂肪酸エステル

定義 本品は、水産動物の新鮮な肝臓、幽門垂などから得られた脂肪油、そのビタミンA（レチノール）濃縮分若しくはそれらを食用油脂に溶かしたもの又はビタミンA脂肪酸エステル（レチノール脂肪酸エステル）、又はこれらを食用油脂に溶かしたものである。

含量 本品1gは、ビタミンAとして30mg以上を含有し、表示量の90～120%のビタミンAを含む。ただし、ビタミンA300mgは、100万国際単位に相当する。

性状 本品は、淡黄～帯赤淡黄色の油脂状の物質で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 「ビタミンA脂肪酸エステル」の確認試験(1)、(2)を準用する。

純度試験 (1) 「ビタミンA脂肪酸エステル」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) クロロホルム不溶物 「ビタミンA脂肪酸エステル」の純度試験(2)を準用する。~~

(2) 吸光度比 ビタミンA脂肪酸エステルを含む場合は、「ビタミンA脂肪酸エステル」の純度試験(2)を準用する。

定量法 本品のビタミンAとして0.15mg以上に相当し、油脂1g以下を含む量を精密に量り、フラスコに入れ、無アルデヒドエタノール30ml及びピロガロール・エタノール溶液(1→10)1mlを加える。次に水酸化カリウム溶液(9→10)3mlを加え、還流冷却器を付け、水浴上で30分間加熱し、けん化する。速やかに常温まで冷却し、水30mlを加え、分液漏斗Aに移し、フラスコは水10ml、次にビタミンA測定用ジエチルエーテル40mlで洗い、洗液を分液漏斗Aに入れ、よく振り混ぜて放置する。水層を分液漏斗Bに分取し、ビタミンA測定用ジエチルエーテル30mlでフラスコを洗った後、洗液を分液漏斗Bに入れ、振り混ぜて抽出する。水層はフラスコに分取し、ジエチルエーテル層は分液漏斗Aに合わせ、分取した水層は分液漏斗Bに入れ、ビタミンA測定用ジエチルエーテル30mlを加え、振り混ぜて抽出する。ジエチルエーテル層は、分液漏斗Aに合わせる。これに水10mlを加え、静かに2～3回倒立した後、静置放置し、分離した水層を除く。~~さらに、更に~~水50mlずつで3回洗い、回が進むにつれて次第に強く振る。~~さらに、更に~~洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水50mlずつで洗った後、10分間放置する。水をできるだけ除き、ジエチルエーテル層を三角フラスコに移し、分液漏斗は、ビタミンA測定用ジエチルエーテル10mlずつで2回洗い、洗液は、先の三角フラスコに合わせ、無水硫酸ナトリウム5gを加えて振り混ぜた後、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはビタミンA測定用ジエチルエーテル10mlずつで2回以上洗い、洗液をフラスコに合わせる。ジエチルエーテル抽出液を45℃の水浴中で振り動かしながら、アスピレーターを用いて濃縮して約1mlとし、直ちにビタミンA測定用~~イソプロピルアルコール~~~~2-プロパノール~~を加えて溶かし、1ml中にビタミンA約3μgを含むように正確に薄め、検液とする。検液につき波長310nm、325nm及び334nmにおける吸光度A₁、A₂及びA₃を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ビタミンAの含量} = E_{1\text{cm}}^{1\%}(325\text{nm}) \times 0.549 \text{ (mg/g)}$$

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(325\text{nm}) = \frac{A_2}{W} \times \frac{V}{100} \times f$$

$$f = 6.815 - 2.555 \times \frac{A_1}{A_2} - 4.260 \times \frac{A_3}{A_2}$$

ただし、f：補正係数

V：検液の総ml数

W：検液V ml中の試料のg数

なお、ビタミンA脂肪酸エステルを含む場合は、「ビタミンA脂肪酸エステル」の定量法を準用する。

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

ビートレッド

Beet Red

アカビート色素

定 義 本品は、ビート (*Beta vulgaris* Linné) の根から得られた、イソベタニン及びベタニンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は15以上で、その表示量の90～110%を含む。

性 状 本品は、赤紫～暗紫色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価15に換算して1gに相当する量を取り、酢酸塩緩衝液 (pH5.4) 50mlを加えて溶かした液は、赤紫色を呈する。

(2) (1)の溶液5mlに水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mlを加えるとき、黄色に変わる。

(3) 本品に酢酸緩衝液 (pH5.4) を加えて溶かした液は、波長525～~~535~~540nmに極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価15に換算して1gに相当する量を取り、水5mlを加えて溶かし、更にメタノール20mlを加えてかき混ぜた後、毎分約3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液8 μ lを量り、対照液を用いず、~~1~~1-ブタノール/水/酢酸混液(4:3:2)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、観察するとき、~~R_f~~R_f値が0.3～0.5付近に紫色のスポットを認める。この薄層板をアンモニア蒸気を充満させた容器に入れ、30分間以上放置したとき、スポットの赤紫色が淡灰～暗茶色に変わる。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微結晶セルロースを60～80℃で20分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、観察する。~~

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 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 硝酸塩 色価15当たり，NO₃として0.27%以下

本品約0.1gを精密に量り，水を加えて溶かし，~~正確~~に100mlとし，検液とする。別に硝酸イオン標準原液0.2ml，1ml，10ml及び50mlを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100mlとし，標準液とする。検液，標準液及び標準原液をそれぞれ20μlずつを量り，~~それぞれの液につき~~，次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液及び標準原液の硝酸イオン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。更に検液の硝酸イオン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 電気伝導度検出器

カラム充てん剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径4.6～6.0mm，長さ5～10cmのステンレス管

~~ガード~~カラム カラム管と同一の内径で同一の充てん剤を充てんしたもの。

カラム温度 40℃

溶離液 2.5mmol/Lフタル酸と2.4mmol/Lトリリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水溶液 (pH4.0)

~~カラム温度~~ 40℃

~~流速~~流量 1.5ml/分

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 酢酸緩衝液 (pH5.4)

測定波長 波長525～~~535~~540nmの極大吸収部

ヒドロキシシトロネラル

Hydroxycitronellal

C₁₀H₂₀O₂

分子量 ~~172.27~~172.26

7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal ~~〔[107-75-5]〕~~

含 量 本品は，ヒドロキシシトロネラル (C₁₀H₂₀O₂) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は，無～淡黄色の透明な液体で，すずらんようのにおいがある。

確認試験 本品1mlに亜硫酸水素ナトリウム試液5mlを加えて振り混ぜるとき，発熱して溶け，冷却するとき，結晶塊となる。

純度試験 (1) 屈折率 n_D²⁰ = 1.447～1.450

(2) 比重 0.921～0.926

(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 50vol%エタノール3.0ml)

(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、1時間とする。

0.5mol/L塩酸 1 ml = ~~86.14~~ 86.13mg C₁₀H₂₀O₂

ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール

Hydroxycitronellal Dimethylacetal

C₁₂H₂₆O₃

分子量 ~~218.34~~ 218.33

~~8,8-dimethoxy-2,6-dimethyl-2-octanol~~

~~8,8-Dimethoxy-2,6-dimethyloctan-2-ol~~ ~~=[141-92-4]~~

含量 本品は、ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール (C₁₂H₂₆O₃) 95.0% 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、弱いすずらんようのにおいがある。

確認試験 本品1mlにエタノール1ml及び0.25mol/L硫酸1mlを加え、水浴中で振り混ぜながら約3分間加熱するとき、ヒドロキシシトロネラルのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 n_D^{20} = 1.441~1.444

(2) 比重 0.928~0.934

(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 50vol%エタノール4.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

(5) ヒドロキシシトロネラル 本品約5g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法により定量するとき、試料1gに対応する0.5mol/L塩酸の消費量は、0.60ml以下である。ただし、放置時間は、~~1~~ 1時間とする。

定量法 本品約1.5g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1法により定量し、次式により含量を求める。ただし、加熱時間は、~~5~~ 5分間とする。

ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール (C₁₂H₂₆O₃) の含量

$$\begin{aligned} & (a - b) \times \frac{109.2}{1,000} \\ & = \frac{\quad}{1,000} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

ただし、

a : 試料1gに対応する0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)

b : 純度試験(5)で得た試料1gに対応する0.5mol/L塩酸の消費量 (ml)

新規指定 ヒドロキシプロピルセルロース

新規指定 ヒドロキシプロピルメチルセルロース

L-ヒドロキシプロリン

L-Hydroxyproline

L-オキシプロリン

$C_5H_9NO_3$

分子量 131.13

~~(2S,4R)-4-hydroxy-L-proline~~

(2S,4R)-4-Hydroxypyrrolidine-2-carboxylic acid ~~—[51-35-4]—~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-ヒドロキシプロリン ($C_5H_9NO_3$) 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、においがなく又はわずかに特異
なにおいがあり、味はわずかに甘い。

確認試験 本品の水溶液(1→1,000) 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、黄色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -74.0 \sim -77.0^\circ$

本品約4 gを精密に量り、水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、ほとんど澄明 (1.0 g, 水10 ml)

(3) 液性 pH5.0～6.5 (1.0 g, 水10 ml)

(4) 塩化物 Clとして0.1%以下(0.070 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1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1法, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品約0.3 gを精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L過塩素酸液 1 ml = ~~13.113~~ 13.11 mg $C_5H_9NO_3$

ピペロナル
Piperonal
ヘリオトロピン

$C_8H_6O_3$

分子量 150.13

~~1,3-benzodioxole-5-carbaldehyde~~

~~Benzo[d][1,3]dioxole-5-carbaldehyde~~ ~~=[120-57-0]~~

含 量 本品を乾燥したものは、ピペロナル ($C_8H_6O_3$) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は塊で、ヘリオトロップようなにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸2mlを加えて溶かし、レゾルシン・エタノール溶液(1→20)2滴を加えるとき、液は、暗赤色を呈する。

(2) 本品1gを加温して溶かし、亜硫酸水素ナトリウム試液5mlを加え、振り混ぜながら水浴中で加熱するとき、白色の結晶塊を生じる。

純度試験 (1) 融点 ~~36.0~~~37.5℃

(2) 溶状 澄明 (1.0g, 70vol%エタノール4.0ml)

(3) 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)

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

乾燥減量 0.50%以下 (4時間)

強熱残分 0.05%以下

定量法 本品を乾燥し、その約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~~15分間とする。

0.5mol/~~4~~塩酸1ml=75.07mg $C_8H_6O_3$

ピペロニルブトキシド

Piperonyl Butoxide
ピペロニルブトキサイド

$C_{19}H_{30}O_5$

分子量 338.44

~~5-[[2-(2-butoxyethoxy)ethoxy]methyl]-6-propyl-1,3-benzodioxole~~

~~5-[[2-(2-Butoxyethoxy)ethoxy]methyl]-6-propylbenzo[d][1,3]dioxole~~ ~~=[51-03-6]~~

性 状 本品は、淡黄～淡褐色の透明な油状の液体で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品のメタノール溶液(1→1,000)0.5mlにタンニン酸・酢酸試液20mlを加え、水浴中で時々振り混ぜながら加熱するとき、液は、青色を呈する。

(2) 本品の90vol%メタノール溶液(1→100,000)は、波長236~240nm及び288~292nm

に極大吸収部があり、236～240nmにおける吸光度と288～292nmにおける吸光度との比は、1.22～1.24である。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.512$

(2) 比重 1.05～1.07

(3) 色調 本品の色調は、塩化第一コバルト比色標準原液1.4ml、塩化第二鉄比色標準原液4.3ml及び硫酸銅比色標準原液0.3mlを混和した液の色調より濃くない。

(4) 重金属 本品15mlを量り、分液漏斗に入れ、水15ml及び塩酸(1→4)3滴を加えて3分間激しく振り混ぜ、静置した後、上層を採るとる。これにアセトン5mlを加え、硫化ナトリウム試液2滴を加えるとき、液は、~~濁~~らない。また暗色を呈さない。

(5) 塩素化合物 Clとして0.035%以下

本品0.50gを量り、磁製のるつぼに入れ、無水炭酸ナトリウム溶液(1→8)2mlを加え、時々揺り動かしながら水浴上で1時間加熱し、ほとんど蒸発乾固する。これに炭酸カルシウム1gを加え、弱く加熱してほとんど炭化した後、約600℃に加熱してほとんど灰化する。冷後、残留物に硝酸(1→10)35mlを徐々に加えて溶かし、ろ過する。不溶物を水10mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mlとし、検液とする。別に炭酸カルシウム1gを量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1→8)2mlを加え、硝酸(1→10)35mlを徐々に加えて溶かし、ろ過する。不溶物を水10mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、0.01mol/L塩酸0.50ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。両液に硝酸銀溶液(1→50)0.5mlずつを加えてよく振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

(6) 蒸留試験 194℃までの蒸留残留物85.0%以上、203℃までの蒸留残留物5.0%以下

本品25gを量り、あらかじめ重量質量を精密に量った100mlのナス形フラスコに入れて重量質量を精密に量り、0.53kPaの減圧下で194℃まで蒸留し、フラスコ内の残留物の重量質量を精密に量る。更に0.53kPaの減圧下で203℃まで蒸留し、フラスコ内の残留物の重量質量を精密に量る。

氷酢酸

Glacial Acetic Acid

$C_2H_4O_2$

分子量 60.05

~~Acetic acid~~ ~~[64-19-7]~~

含 量 本品は、酢酸($C_2H_4O_2$)99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶塊又は無色澄明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 4) は、酸性である。

(2) 本品の水溶液 (1 → 4) は、酢酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 凝固点 14.5℃以上

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

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

(4) 易酸化物 本品2.0gを量り, 水10mlを加えて溶かし, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液0.10mlを加えるとき, 液の紅色は30分以内に消えない。

(5) 蒸発残留物 0.010%以下

本品20.0gを量り, 蒸発した後, 100℃で2時間乾燥し, 残留物の重量質量を量る。

定量法 本品約1gを精密に量り, 水40ml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2滴)。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 60.05mg C₂H₄O₂