

ピリドキシン塩酸塩

Pyridoxine Hydrochloride

ビタミンB₆

C₈H₁₁NO₃・HCl

分子量 205.64

~~5-hydroxy-6-methyl-3,4-pyridinedimethanol monohydrochloride~~

5-Hydroxy-6-methylpyridine-3,4-dimethanol monohydrochloride [58-56-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは、ピリドキシン塩酸塩 (C₈H₁₁NO₃・HCl) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10,000) 1 ml に 2,6-ジブロモキノクロロイミド・エタノール溶液 (1→4,000) 2 ml 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は、青色を呈する。また、あらかじめホウ酸飽和溶液 1 ml を加えた後、この試験を行うとき、液は、青色を呈さない。

(2) 本品は、塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 融点 203～209℃ (分解)

(2) 液性 pH2.5～3.5 (0.50g, 水25ml)

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

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0.4gを精密に量り、酢酸 5 ml 及び無水酢酸 5 ml を加え、穏やかに煮沸して溶かす。冷後、無水酢酸30mlを加え、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し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ml = ~~20.564~~20.56mg C₈H₁₁NO₃・HCl

微粒二酸化ケイ素

Silicon Dioxide (fine)

微粒シリカゲル

SiO₂

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 (SiO₂) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、平均粒子径15 μm以下の滑らかな触感をもつ白色の微細な粉末で、においがなく、味がない。

確認試験 本品0.2gを白金製のろつばに採りとり、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2.0gを量り、水60mlを加え、電磁式かくはん器で15分間よくかき混ぜた後、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、洗液をろ液に加え、更に水を加えて100ml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、重量を量る。

(2) 重金属 Pbとして20μg/g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、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に加え、更に水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液20mlを量り、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) ヒ素 As₂O₃として2.0μg/g以下

(2)のA液20mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

(4) ナトリウム Na₂Oとして0.20%以下

(2)のA液5mlに水を加えて100mlとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥した後、その1.886gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液5.0mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(5) アルミニウム Al₂O₃として0.20%以下

(2)のA液20mlに水を加えて100mlとし、検液とする。別に硫酸アルミニウムカリウム12水塩和物2.33gを正確に量り、塩酸5ml及び水を加えて溶かして正確に100mlとする。この液2.0mlを正確に量り、水を加えて正確に250mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

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

(6) 鉄 Fe_2O_3 として0.50mg/g以下

(2)のA液20mlに水を加えて100mlとし、検液とする。別に硫酸第二鉄アンモニウム12水塩和物6.04gを正確に量り、塩酸20ml及び水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液5.0mlを正確に量り、塩酸10ml及び水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

乾燥減量 7.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱減量 8.5%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~~(W(g))~~、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~~(w(g))~~、次式により含量を求める。

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

ピロ亜硫酸カリウム

Potassium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸カリウム

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$

分子量 222.33

~~Potassium disulfite~~ ~~[16731-55-8]~~

含量 本品は、ピロ亜硫酸カリウム ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び亜硫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10ml)

(2) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品2.0gを量り、熱湯15mlを加えて溶かし、塩酸5mlを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯10ml及び塩酸2mlを加え、再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸(1→20)2ml及び水を加えて溶かして50mlとし、必要があればろ過し、~~この液を~~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) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品5.0gを量り、水を加えて溶かして25mlとする。この液5mlを量り、硫酸1mlを加え、約2mlになるまで蒸発濃縮した後、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。

定量法 本品約0.2gを精密に量り、亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液1ml = 5.558mg $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$

ピロ亜硫酸ナトリウム

Sodium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸ナトリウム

酸性亜硫酸ソーダ

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

分子量 190.11

Sodium disulfite ~~—[7681-57-4]—~~

含量 本品は、ピロ亜硫酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁 (0.50g, 水10ml)

(2) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品2.0gを量り、熱湯15mlを加えて溶かし、塩酸5mlを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯10ml及び塩酸2mlを加え、再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸(1→20)2ml及び水20mlを加えて溶かし、更に水を加えて溶かして50mlとし、必要があればろ過し、~~この液を~~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) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.50gを量り、水10mlを加えて溶かし、硫酸1mlを加え、ホットプレート

上で白煙を生じるまで加熱し、水を加えて5 mlとし、検液とする。装置Bを用いる。
定量法 本品約0.2gを精密に量り、亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 ml = 4.753mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$

ピロリン酸四カリウム
Potassium Pyrophosphate
ピロリン酸カリウム

$\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$

分子量 330.34

Potassium diphosphate ~~—[7320-34-5]—~~

含量 本品を乾燥したものは、ピロリン酸四カリウム ($\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$) 98.0～1.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶性の粉末若しくは塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.1gに水10ml及び硝酸2～3滴を加えて溶かし、硝酸銀溶液(1→50) 1 mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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、微濁 (0.50g, 水20ml)

(2) 液性 pH10.0～10.7 (1.0g, 水100ml)

(3) 塩化物 Clとして0.011%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30ml)

(4) 正リン酸塩 本品1.0gを量り、硝酸銀溶液(1→50) 2～3滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

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

(6) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、水30ml及び硝酸3～4滴を加えて溶かし、酢酸(1→20)又はアンモニア試液を加えて中和し、更に酢酸(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。

(7) 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 7.0%以下 (110℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約3gを精密に量り、水75mlを加えて溶かし、約15℃に保ち、1 mol/L塩酸で滴定する(指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液3～4滴)。

1 mol/L塩酸 1 ml = ~~165.17~~165.2mg $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$

ピロリン酸二水素カルシウム

Calcium Dihydrogen Pyrophosphate

酸性ピロリン酸カルシウム

$\text{CaH}_2\text{P}_2\text{O}_7$

分子量216.04

~~calcium dihydrogen diphosphate~~

Calcium dihydrogendiphosphate [14866-19-4]

含 量 本品を乾燥したものは、ピロリン酸二水素カルシウム ($\text{CaH}_2\text{P}_2\text{O}_7$) 90.0% 以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品0.5gに水10mlを加え、振り混ぜた液は、酸性である。

(2) 本品0.2gに硝酸(1→10) 5mlを加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液2mlを加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品0.3gに水9ml及び塩酸(1→4) 1mlを加え、加温して溶かし、冷後ろ過し、ろ液にシュウ酸アンモニウム溶液(1→30) 3mlを加えるとき、白色の沈殿を生じ、これに塩酸(1→30) 5mlを追加するとき、沈殿は溶ける。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.40%以下

あらかじめガラスろ過器(1G4)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5.0gを量り、塩酸(1→4) 100mlを加え、時々振り混ぜながら1時間放置する。不溶物は先のガラスろ過器でろ取り、水30mlで洗い、ガラスろ過器と共に110℃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) 正リン酸塩 本品1.0gを量り、硝酸銀溶液(1→50) 2～3滴を滴加するとき、著しい黄色を呈さない。

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4) 3.5ml及び水30mlを加え、煮沸して溶かし、冷後、ろ過する。ろ液に振り混ぜながらわずかに沈殿が生じるまでアンモニア試液を滴加した後、少量の塩酸(1→4)を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液(pH3.5) 10ml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、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液(pH3.5) 10ml及び水を加えて50mlとする。

(4) ヒ素 As_2O_3 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。

乾燥減量 5.0%以下(150℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.7gを精密に量り、塩酸(1→4) 20mlを加えて煮沸

し、冷後、水を加えて正確に200mlとし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第2法により定量する。

0.02mol/L EDTA溶液 1 ml = 4.321mg CaH₂P₂O₇

ピロリン酸二水素二ナトリウム

Disodium Dihydrogen Pyrophosphate

酸性ピロリン酸ナトリウム

Na₂H₂P₂O₇

分子量 221.94

~~sodium dihydrogen diphosphate~~

Sodium dihydrogendiphosphate ~~=[7758-16-9]~~

含 量 本品を乾燥したものは、ピロリン酸二水素二ナトリウム(Na₂H₂P₂O₇) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100) 10mlに硝酸銀溶液(1→50) 1mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水不溶物 0.80%以下

あらかじめガラスろ過器(1G4)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5.0gを量り、水100mlを加えて溶かし、時々振り混ぜて、~~ながら~~1時間放置する。不溶物は先のガラスろ過器でろ取り、水30mlで洗い、ガラスろ過器と共に110℃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) 液性 pH3.8~4.5 (1.0g, 水100ml)

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

(4) 正リン酸塩 本品1.0gを量り、硝酸銀溶液(1→50) 2~3滴を滴加するとき、著しい黄色を呈さない。

(5) 硫酸塩 SO₄として0.038%以下 (0.50g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.40ml)

(6) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品1.0gを量り、酢酸(1→20) 2ml及び水30ml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。

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

乾燥減量 5.0%以下 (110℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、硝酸5ml及び水25mlを加え、蒸発

する水を補いながら30分間煮沸し、冷後、水を加えて正確に500mlとし、必要があれば乾燥ろ紙でろ過し、検液とする。検液5mlを正確に量り、バナジン酸・モリブデン酸試液20ml及び水を加えて正確に100mlとし、よく振り混ぜて30分間放置した後、波長400nmにおける吸光度を測定する。対照液は、水5mlを用いて検液の場合と同様に操作し、調製する。別にリン酸一カリウム標準液10mlを正確に量り、硝酸(1→25)20mlを加え、更に水を加えて正確に250mlとする。この液10ml、15ml及び20mlをそれぞれ正確に量り、検液の場合と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液5ml中のリン(P)の重量質量(mg)を求め、次式により含量を求める。

ピロリン酸二水素二ナトリウム ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$) の含量

$$= \frac{\text{検液 5 ml 中のリン (P) の重量質量 (mg)} \times 3.58273.583 \times 100}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$

ピロリン酸第二鉄

Ferric Pyrophosphate

$\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$

分子量 745.221

Iron(III) diphosphate

含量 本品を強熱したものは、ピロリン酸第二鉄 [$\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$] 95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～黄褐色の粉末で、においがなく、わずかに鉄味がある。

確認試験 (1) 本品0.2gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)10mlを加え、生じた赤褐色の沈殿をろ過する。ろ紙上の残留物に塩酸(1→4)を加えて溶かした液は、第二鉄の反応を呈する。

(2) (1)のろ液を硝酸(1→10)で弱酸性とし、これに硝酸銀溶液(1→50)を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品0.10gを量り、塩酸(1→2)5.0mlを加えて溶かし、水を加えて20mlとし、検液とする。

(2) 塩化物 Clとして3.55%以下

本品1.00gを量り、硝酸(1→2)5mlを加えて水浴中で加熱して溶かす。これにフェノールフタレイン試液数滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→25)50mlを加え、よく振り混ぜた後、水を加えて100mlとし、約10分間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液10mlを量り、水を加えて100mlとする。この液2.0mlを量り、硝酸(1→10)で中和し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mlを用いる。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.12%以下

(2)のろ液40mlを量り、塩酸(1→4)で中和し、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸1.0mlを用いる。

(4) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.50gを量り、磁製皿に入れ、王水3mlを加えて溶かし、水浴中で穏やかに蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→2)5mlを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸(1→2)5mlずつで3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ずつで3回行う。この水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.2gを加えて溶かし、水浴中で10分間加熱する。冷後、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。次にほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加した後、塩酸(1→2)1mlを加え、酢酸(1→20)4ml、酢酸ナトリウム溶液(2→15)4ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1mlを正確に量り、磁製皿に入れ、王水3ml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、塩酸(1→2)をほとんど無色となるまで滴加した後、更に加える塩酸(1→2)の量は、0.5mlとする。

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

本品0.50gを量り、塩酸(1→2)5mlを加えて溶かした後、L-アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。ただし、アンモニア水で中和する操作は行わない。標準色は、ヒ素標準液2.0mlを量り、塩酸(1→2)5mlを加え、更にL-アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

強熱減量 20.0%以下(1時間)

定量法 本品を強熱し、直ちにその約0.3gを精密に量り、塩酸(1→2)20mlを加えて溶かし、水20mlで共栓フラスコに移す。次にヨウ化カリウム3g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1ml = ~~18.630~~18.63mg $\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$

ピロリン酸第二鉄液

Ferric Pyrophosphate Solution

含量 本品は、ピロリン酸第二鉄 $[\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3 = 745.22]$ 2.5~3.5%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の乳状の液体で、においがなく、わずかに鉄味がある。

確認試験 (1) 本品に過量の水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) を加え、生じた赤褐色の沈殿をろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸 (1 → 4) に溶かした液は、第二鉄塩の反応を呈する。

(2) (1)のろ液を硝酸 (1 → 10) で弱酸性とし、硝酸銀溶液 (1 → 50) を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品2.0gを量り、塩酸 (1 → 2) ~~5.0~~5mlを加えて溶かし、水を加えて20mlとし、検液とする。

(2) 塩化物 Clとして0.35%以下

本品10gを量り、フェノールフタレイン試液数滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 7mlを加え、よく振り混ぜた後、水を加えて100mlとし、約10分間放置し、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液10mlを量り、水を加えて100mlとする。この液2.0mlを量り、硝酸 (1 → 10) で中和し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mlを用いる。

(3) 硫酸塩 SO₄として0.002%以下

(2)のろ液40mlを量り、塩酸 (1 → 4) で中和し、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4.0 μg/g以下

本品5.0gを量り、磁製皿に入れ、王水5ml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) 5mlを加えて溶かし、以下「ピロリン酸第一鉄液」の純度試験(4)を準用する。

(5) ヒ素 As₂O₃として0.2 μg/g以下

「ピロリン酸第一鉄液」の純度試験(5)を準用する。

定量法 本品約10gを精密に量り、水約30mlで共栓フラスコに移し、塩酸10mlを加えて溶かす。次にヨウ化カリウム3g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 = ~~18.630~~18.63mg Fe₄(P₂O₇)₃

ピロリン酸四ナトリウム

Sodium Pyrophosphate

ピロリン酸ナトリウム

分子量 10水塩和物 446.06

$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n=10又は0)

無水物 265.90

Sodium diphosphate decahydrate [13472-36-1, 10水和物]

~~Sodium diphosphate [7722-88-5, 無水物]~~

定 義 本品には結晶物(10水塩和物)及び無水物があり、それぞれをピロリン酸四ナトリウム(結晶)及びピロリン酸四ナトリウム(無水)と称する。

含 量 本品を乾燥したものは、ピロリン酸四ナトリウム($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) 97.0%以上を含む。

性 状 結晶物は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の粉末又は塊である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100) 10mlに酢酸(1→20)を加えて弱酸性とし、硝酸銀溶液(1→50) 1mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 本品を乾燥した後、試験を行う。

(1) 溶状 無色、微濁(1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH9.9～10.7(1.0g, 水100ml)

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

(4) 正リン酸塩 本品1.0gを量り、硝酸銀溶液(1→50) 2～3滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

(5) 硫酸塩 SO_4 として0.038%以下(0.50g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.40ml)

(6) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かし、酢酸(1→20)で中和し、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。

(7) 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 42.0%以下(110℃, 4時間)

無水物 5.0%以下(110℃, 4時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約3gを精密に量り、水75mlを加えて溶かし、約15℃に保ち、1mol/L塩酸で滴定する(指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液3～4滴)。

1 mol/L塩酸 1 ml = ~~132.95~~ 133.0mg $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

L-フェニルアラニン

L-Phenylalanine

$C_9H_{11}NO_2$

分子量 165.19

(2S)-2-Amino-3-phenylpropanoic acid ~~〔63-91-2〕~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-フェニルアラニン ($C_9H_{11}NO_2$) 98.5~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに苦味がある。

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0.010g~~10mg~~に硝酸カリウム0.5g及び硫酸2 mlを加え、水浴上で20分間加熱し、冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1→10) 5 mlを加えて氷水中に10分間放置した後、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 9 mlを加えて放置するとき、液は、赤紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 5 mlに過マンガン酸カリウム溶液 (1→100) 1 mlを加えて煮沸するとき、特異なおいを発する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -33.0 \sim -35.2^\circ$ (1 g, 水 50ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.20g, 水20ml)

(3) 液性 pH5.4~6.0 (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20 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水40mlを加えて加温して溶かし、酢酸 (1→20) 2 mlを加える。
~~さらに、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。

(6) 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→4) 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 0.30%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 = ~~16.519~~16.52mg $C_9H_{11}NO_2$

フェニル酢酸イソアミル
Isoamyl Phenylacetate

$C_{13}H_{18}O_2$

分子量 206.28

~~3-Methylbutyl 2-phenylacetate~~ ~~—[102-19-2]—~~

含 量 本品は、フェニル酢酸イソアミル ($C_{13}H_{18}O_2$) 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。

~~(1) 本品 2 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間穏やかに煮沸するとき、特有のにおいはなくなり、イソアミルアルコールのにおいを発する。~~

~~(2) (1) の溶液に水 10 ml を加え、蒸留して初留液約 15 ml を除いた残留液に塩酸 (1 → 4) を加えて酸性にすると、結晶が析出する。これをろ取り、水で洗い、熱湯から再結晶するとき、その融点は、76 ~ 78°C である。~~

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.485 \sim 1.487$

(2) 比重 0.978 ~ 0.980

(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)

(5) ハロゲン化合物 香料試験法による

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。

0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = ~~103.14~~ 103.1 mg $C_{13}H_{18}O_2$

フェニル酢酸イソブチル
Isobutyl Phenylacetate

$C_{12}H_{16}O_2$

分子量 192.265

~~2-Methylpropyl 2-phenylacetate~~ ~~—[102-13-6]—~~

含 量 本品は、フェニル酢酸イソブチル ($C_{12}H_{16}O_2$) 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。

~~(1) 本品 2 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間穏やかに煮沸する。この液に、水 10 ml を加え、蒸留して初留液約 15 ml を採るとき、その液は、澄明で、イソブタノールのにおいを発する。~~

~~(2) (1)の残留液に塩酸(1→4)を加えて酸性とするとき、結晶が析出する。この結晶をろ取し、水洗し、熱湯から再結晶するとき、その融点は、76～78℃である。~~

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.488$

(2) 比重 0.987～0.991

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール~~8.0~~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 = 96.13mg $C_{12}H_{16}O_2$

フェニル酢酸エチル

Ethyl Phenylacetate

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

~~Eethyl 2-phenylacetate~~ ~~—[[101-97-3]]—~~

含 量 本品は、フェニル酢酸エチル ($C_{10}H_{12}O_2$) 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 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。

~~本品2mlに水酸化カリウム溶液(1→10)10mlを加え、還流冷却器を付けて1時間穏やかに煮沸するとき、特有のにおいはなくなる。これを蒸留して初留液約4mlを除き、その残留液に塩酸(1→4)を加えて酸性とし、冷却するとき、結晶が析出する。この結晶をろ取し、水洗し、熱湯から再結晶するとき、その融点は、76～78℃である。~~

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.500$

(2) 比重 1.031～1.036

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)

(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 = 82.10mg $C_{10}H_{12}O_2$

新規指定 フェロシアン化カリウム

新規指定 フェロシアン化カルシウム

ブチルヒドロキシアニソール

Butylated Hydroxyanisole

$C_{11}H_{16}O_2$

分子量 180.254

~~mixture of 2-(2-methylpropyl)-4-methoxyphenol and 3-(2-methylpropyl)-4-methoxyphenol~~

Mixture of 2-(1,1-Dimethylethyl)-4-methoxyphenol and

3-(1,1-Dimethylethyl)-4-methoxyphenol ~~—[25013-16-5]—~~

性状 本品は、無色若しくはわずかに黄褐色を帯びた結晶若しくは塊、又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール溶液(1→100) 2～3 mlにホウ酸ナトリウム溶液(1→50) 2～3滴及び2,6-ジクロロキノクロロイミドの結晶を加えて振り混ぜるとき、液は、紫青色を呈する。

(2) 「ジブチルヒドロキソトルエン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 融点 57～65℃

(2) 溶状 無色、澄明(0.50g, エタノール10ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.019%以下

本品0.50gを量り、アセトン35mlを加えて溶かし、塩酸(1→4) 1 ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.005mol/l ~~の~~硫酸0.20mlにアセトン35ml、塩酸(1→4) 1 ml及び水を加えて50mlとする。

(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3法, 装置B)

(6) パラヒドロキシアニソール 本品1.0gを量り、ジエチルエーテル/石油ベンジン混液(1:1) 20mlを加えて溶かし、更に水10ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→25) 1 mlを加え、よく振り混ぜた後、静置し、下層を採るとする。この液にジエチルエーテル/石油ベンジン混液(1:1) 20mlを加え、よく振り混ぜた後、静置し、下層を採りとり、水を加えて500mlとする。この液1.0mlを量り、ネスラー管に入れ、水酸化ナトリウム溶液(1→25) 2 ml、ホウ酸溶液(3→100) 5 ml及び水を加えて30mlとする。更に4-アミノアンチピリン溶液(1→1,000) 5 mlを加えて振り混ぜた後、フェリシアン化カリウム溶液(1→100) 1 mlを加えて振り混ぜ、水を加えて50mlとし、15分間放置するとき、その液の色は、塩化第一コバルト比色標準原液0.6mlに水を加えて50mlとした液の色より濃くない。

強熱残分 0.05%以下

ブドウ果皮色素

Grape Skin Extract

Grape Skin Color

エノシアン

定 義 本品は、アメリカブドウ (*Vitis labrusca* Linné) 又はブドウ (*Vitis vinifera* Linné) の果皮から得られた、アントシア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50以上で、その表示量の90～120%を含む。

性 状 本品は、赤～暗赤色の粉末、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50に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 1,000mlを加えて溶かした液は、赤～赤紫色を呈する。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長520～534nmに極大吸収部がある。

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

(4) 二酸化硫黄 色価1当たり 0.005%以下

(i) 装置

概略は次の図による。ただし、硬質ガラス製で、接合部はすり合わせにして
もよい。 (装置図は省略する)

A : 蒸留フラスコ

B : しぶき止め連結導入管

C : 小孔

D : 冷却器

E : 逆流止め

F : メスシリンダー

G : コック付き漏斗

H : シリコンゴム栓

J : シリコンゴム栓

K : シリコンゴム管

(ii) 操作法

本品 1～3 gを精密に量り，500mlの飛沫止めが付いた蒸留フラスコAにとり，水100mlを加え，蒸留装置を連結する。受器Fには吸収液として酢酸鉛溶液（1→50）25mlを入れ，冷却器に付した逆流止めEの下端を吸収液に浸し，コック付き漏斗よりリン酸溶液（2→7）25mlを加え，留液F中の液量が100mlになるまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込む。留この液に塩酸 5 mlを加え，直ちに0.005mol/Lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンプン溶液）。

0.005mol/Lヨウ素溶液 1 ml = ~~0.32032~~0.3203mg SO₂

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 クエン酸緩衝液（pH3.0）

測定波長 波長520～534nmの極大吸収部

フマル酸

Fumaric Acid

C₄H₄O₄

分子量 116.07

~~(E)-2-butenedioic acid~~

(2E)-But-2-enedioic acid ~~=[110-17-8]~~

含 量 本品は，フマル酸（C₄H₄O₄）99.0%以上を含む。

性 状 本品は，白色の結晶性の粉末で，においがなく，特異な酸味がある。

確認試験 (1) 本品を加熱するとき，昇華する。

(2) 本品を105℃で3時間乾燥するとき，その融点は，287～302℃（封管中，分解）である。

(3) 本品0.5gに水10mlを加え，煮沸して溶かし，熱時臭素試液2～3滴を加えるとき，液の色は消える。

(4) 本品~~50.05~~mgを試験管に入れ，レゾルシン2～3mg及び硫酸1mlを加えて振り混ぜ，120～130℃で5分間加熱し，冷後，水を加えて5mlとする。この液に冷却しながら水酸化ナトリウム溶液（3→10）を滴加してアルカリ性とし，更に水を加えて10mlとするとき，液は，紫外線下で緑青色の蛍光を発する。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明（0.50g，水酸化ナトリウム溶液（1→25）10ml）

(2) 硫酸塩 SO₄として0.010%以下

本品1.0gを量り，水30mlを加えて振り混ぜ，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、試料液とする。

比較液には0.005mol/L硫酸0.20mlを用いる。

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下

本品2.0gを量り、水30mlを加えて振り混ぜ、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、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 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、これを検液とする。装置Bを用いる。ただし、酸性塩化第一スズ試液は10ml、無ヒ素亜鉛は3gを用いる。

強熱残分 0.05%以下(5g)

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250mlとする。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滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml=5.804mg C₄H₄O₄

フマル酸一ナトリウム

Monosodium Fumarate

フマル酸ナトリウム

C₄H₃NaO₄

分子量 138.065

~~monosodium monohydrogen (E)-2-butenedioate~~

Monosodium monohydrogen (2E)-but-2-enedioate ~~=[17013-01-35873-57-4]~~

含量 本品を乾燥したものは、フマル酸一ナトリウム(C₄H₃NaO₄)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、特異な酸味がある。

確認試験 (1)「フマル酸」の確認試(3)及び(4)を準用する。

(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、澄明

本品0.50gを量り、水10mlを加え、40℃に加熱して10分間振り混ぜて溶かし、検液とする。

(2)液性 pH3.0~4.0(1.0g, 水30ml)

(3)硫酸塩 SO₄として0.010%以下

「フマル酸」の純度試験(2)を準用する。

(4) 重金属 Pbとして $20 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.0g を量り、以下、「フマル酸」の純度試験(3)を準用する。

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

本品 0.50g を量り、水 10ml を加え、加温して溶かし、冷後、検液とする。装置Bを用いる。ただし、酸性塩化第一スズ試液は 10ml 、無ヒ素亜鉛は 3g を用いる。

乾燥減量 0.5% 以下 (120°C , 4時間)

強熱残分 $50.5\sim 52.5\%$ (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、水 30ml を加えて溶かし、 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 $1\text{ml} = 13.81\text{mg C}_4\text{H}_3\text{NaO}_4$

ブラックカーラント色素

Black Currant Color

定義 本品は、クロフサスグリ (*Ribes nigrum* Linné) の果実より得られた、~~デル~~
~~フィニジン-3-ルチノシド~~デルフィニジン3-ルチノシド等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40以上で、その表示量の90~110%を含む。

性状 本品は暗赤色の粉末、粘稠ちようなペースト、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40に換算して 1g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml に本品を加えて溶かした液は赤~赤紫色を呈する。

(2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液 (1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0)を加えて溶かした液は、波長 $510\sim 520\text{nm}$ に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして $40 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g , 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして $10 \mu\text{g/g}$ 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)

(4) 二酸化硫黄 色価1当たり 0.005% 以下

「ブドウ果皮色素」の純度試験(4)を準用する。

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 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長510～520nmの極大吸収部

新規指定 プロパノール

プロピオン酸

Propionic Acid

$C_3H_6O_2$

分子量 74.08

~~Propionic acid~~ ~~—~~[79-09-4]~~—~~

含 量 本品は、プロピオン酸 ($C_3H_6O_2$) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、油状の澄明な液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品 1 mlに硫酸 3 滴及びエタノール 1 mlを加え、加熱するとき、芳香を發する。

純度試験 (1) 比重 0.993～0.997

(2) ~~留分蒸留試験~~ 138.5～142.5℃で95vol%以上を留出する。(第2法)

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/ml以下

本品2.0mlを量り、水10ml及びアンモニア試液を加えて中和した後、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。

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/ml以下(0.5ml, 第1法, 装置B)

(5) アルデヒド類 プロピオンアルデヒドとして0.2%以下

本品10mlを量り、あらかじめ水50ml及び亜硫酸水素ナトリウム溶液(1→80) 10 mlを入れた250mlの共栓三角フラスコに入れ、栓をして激しく振り混ぜた後、30分間放置し、液の色が黄褐色になるまで0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定するとき、その消費量は、7 ml以下である。別に空試験を行い補正する。

(6) 蒸発残留物 0.01%以下

本品20gを量り、140℃で恒量になるまで蒸発し、その残留物の~~重量~~質量を量る。

定 量 法 本品約 3 gを精密に量り、新たに煮沸し冷却した水40mlを加えて溶かし、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 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 = 74.08mg $C_3H_6O_2$

プロピオン酸イソアミル

Isoamyl Propionate

$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

~~3-Methylbutyl propanoate~~ ~~—[105-68-0]~~

含 量 本品は、プロピオン酸イソアミル ($C_8H_{16}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、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、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、特有のにおいはなくなり、~~3-メチル-1-ブタノール~~~~アミルアルコール~~のにおいを発する。冷後、硫酸 (1 → 20) で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.404 \sim 1.408$

(2) 比重 0.868～0.872

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 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 0.7 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 = 72.11 mg $C_8H_{16}O_2$

プロピオン酸エチル

Ethyl Propionate

$C_5H_{10}O_2$

分子量 102.13

~~Ethyl propanoate~~ ~~—[105-37-3]~~

含 量 本品は、プロピオン酸エチル ($C_5H_{10}O_2$) 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、温湯中で加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1 → 20) で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.383 \sim 1.385$

(2) 比重 0.890～0.893

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 50 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 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 = 51.07 mg $C_5H_{10}O_2$

プロピオン酸カルシウム

Calcium Propionate

分子量 1 水塩和物 204.243

$C_6H_{10}CaO_4 \cdot nH_2O$ (n = 1 又は 0)

無水物 186.22

Monocalcium dipropanoate monohydrate

Monocalcium dipropanoate [4075-81-4, 無水物]

~~monocalcium dipropanoate hydrate [無水物 4075-81-4]~~

含 量 本品を乾燥したものは、プロピオン酸カルシウム ($C_6H_{10}CaO_4$ ~~$\cdot nH_2O$~~) 98.0% 以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶、粉末又は顆粒で、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) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 ml に硫酸 (1 → 10) 5 ml を加えて加熱するとき、特異なにおいを発する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水不溶物 0.30% 以下

本品 10.0g を量り、水 100ml を加え、時々振り混ぜて ~~ながら~~ 1 時間放置した後、不溶物をガラスろ過器 (1G4) でろ取り、水 30ml で洗い、180°C で 4 時間乾燥し、その ~~重量~~質量を量る。

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 2.0g 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 滴及び 0.1mol/L 塩酸 0.30ml を加えるとき、液は、無色である。この液に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.6ml を加えるとき、液の色は、赤色に変わる。

(3) 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)

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

乾燥減量 9.5% 以下 (120°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて溶かし、~~正確に~~ 100ml とする。この液 25ml を正確に量り、水 75ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 15ml を加えて約 1 分間放置し、NN 指示薬 0.1g を加え、直ちに 0.05mol/L EDTA 溶液で滴定する。終点は、赤色が完全に消失して青色となったときとする。

0.05mol/L EDTA 溶液 1 ml = 9.311mg $C_6H_{10}CaO_4$

プロピオン酸ナトリウム

Sodium Propionate

$C_3H_5NaO_2$

分子量 96.06

Monosodium propanoate ~~〔[137-40-6]〕~~

含 量 本品を乾燥したものは、プロピオン酸ナトリウム ($C_3H_5NaO_2$) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は顆粒で、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)「プロピオン酸カルシウム」の確認試験(1)を準用する。

(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、微濁 (1.0g, 水20ml)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして $10\mu g/g$ 以下

「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu g/g$ 以下

「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(4)を準用する。

乾燥減量 5.0%以下 (105℃, 1時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、非水滴定用酢酸40mlを加えて溶かし、必要があれば加温し、 $0.1mol/l$ の過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液2滴)。別に空試験を行い補正する。

$0.1mol/l$ の過塩素酸液 1 ml = 9.606mg $C_3H_5NaO_2$

プロピオン酸ベンジル

Benzyl Propionate

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

Benzyl propanoate ~~〔[122-63-4]〕~~

含 量 本品は、プロピオン酸ベンジル ($C_{10}H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有なにおいがある。

確認試験 本品 1 mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 mlを加え、温湯中で20分間加温するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸(1→20)で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.500$

(2) 比重 1.032~1.036

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

(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 = 82.10mg C₁₀H₁₂O₂

プロピレングリコール

Propylene Glycol

C₃H₈O₂

分子量 76.109

~~1,2-propanediol~~ Propane-1,2-diol ~~〔57-55-6〕~~

含量 本品は, プロピレングリコール (C₃H₈O₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色澄明な粘稠な液体で, においがなく, わずかに苦味及び甘味がある。

確認試験 (1) 本品 1 mlに硫酸水素カリウム0.5gを加えて加熱するとき, 果実ようのにおいを発する。

(2) 本品 2 ~ 3 滴にトリフェニルクロロメタン0.7gを混和し, ピリジン 1 mlを加え, 還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する。冷後, アセトン20mlを加え, 加温して溶かし, 活性炭0.02gを加えて振り混ぜた後, ろ過し, ろ液が約10mlになるまで濃縮し, 冷却する。析出した結晶をろ取し, デシケーター中で 4 時間乾燥するとき, その融点は174~178℃である。

純度試験 (1) 比重 1.036~1.040

(2) ~~留分蒸留試験~~ 185~189℃で95vol%以上を留出する。(第2法)

(3) 遊離酸 水50mlにフェノールフタレイン試液 1 mlを加え, 液が30秒間持続する紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→2,500) を加えた後, 本品10mlを量って加えて混和する。次に0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.20mlを加えるとき, 液は, 30秒以上持続する紅色を呈する。

(4) 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)

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

水分 0.20%以下 (10g, 直接滴定)

強熱残分 0.05%以下 (10g)

定量法 本品約1gを精密に量り, 水を加えて正確に250mlとする。この液10mlを正確に量り, 共栓フラスコに入れ, メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液10mlを正確に量って加え, 更に硫酸 (1→2) 4 mlを加えてよく振り混ぜ, 40分間放置する。この液にヨウ化カリウム 5 gを量って加え, 直ちに密栓してよく振り混ぜた後, 暗所に 5 分間放置

し、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1 ml）。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{プロピレングリコール (C}_3\text{H}_8\text{O}_2\text{) の含量} = \frac{(a - b) \times \cancel{3.8048} \underline{3.805} \times 25}{\text{試料の採取量 (g)} \times \underline{1,000}} \times 100 (\%)$$

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

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

プロピレングリコール脂肪酸エステル

Propylene Glycol Esters of Fatty Acids

定 義 本品は、脂肪酸とプロピレングリコールとのエステル又は油脂とプロピレングリコールとのエステル交換物である。

性 状 本品は、白～淡黄褐色の粉末、薄片、粒、ろう状の塊又は粘稠ちような液体で、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 (1) 本品0.1gにエタノール2mlを加えて加温して溶かし、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～黄白色の固体を生じる。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル3mlを加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) 本品約5gにエタノール製水酸化カリウム試液50mlを加え、還流冷却器を付け、水浴中で1時間加熱する。この液のメタノール溶液(1→5)を検液とする。~~した後、ほぼ乾固状態になるまでエタノールを留去する。次に塩酸(1→4)50mlを加えてよく振り混ぜ、生じた脂肪酸を石油エーテル/メチルエチルケトン混液(7:1)40mlずつ3回抽出して分離する。この水層をよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を滴加してほぼ中性にした後、水浴中で減圧下に濃縮する。これに約40℃のメタノール20mlを加えてよく振り混ぜた後、冷却して過し、この液のメタノールを水浴中で留去して粘性物を得る。この粘性物のメタノール溶液(1→10)を検液とし、検液5μlにつき、メタノール/プロピレングリコール混液(9:1)及びメタノール/グリセリン混液(9:1)を対照液とし、検液及び対照液をそれぞれ5μlずつ量り、~~メタノール/メタノール/クロロホルム/アセトン/水混液(9:1.5:3:2)~~を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行いうとき、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、風乾し、110℃で10分間加熱して溶媒を除き、冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110℃で20分間加熱して呈色させ、観察するとき、対照液のプロピレングリコールと同位置に黄色のスポットを認める。また、更にもう1つのスポットを認める場合であっても、対照液のグリセリンと同位置の黄褐色白色のスポットを認める場合もである。~~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。~~し、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、風乾し、110℃で10分間加熱して溶媒を除き、冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110℃で20分間加熱して呈色させ、観察する。~~

純度試験 (1) 酸価 8.0以下(油脂類試験法)

(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)

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

(4) ポリオキシエチレン 「ソルビタン脂肪酸エステル」の純度試験(4)を準用する。
強熱残分 1.5%以下

ブロメライン

Bromelain

定 義 本品は、パイナップル (*Ananas comosus* Merrill) の果実又は根茎より得られた、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500,000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 「パイン」の確認試験を準用する。

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2.0m~~
~~1)~~

~~(2) 鉛 Pbとして105.0 μ g/g以下 (1.02.0g, 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) シアン化物 本品5.0gを量り、蒸留フラスコに入れ、酒石酸2g及び水50mlを加え、必要があればシリコーン樹脂1滴を加え、あらかじめ冷却器を付けて1mol/L水酸化ナトリウム溶液2ml及び水10mlを入れた受器を接続した蒸留装置に連結し、~~留液留分~~25mlを得るまで蒸留し、~~留液~~この留分に水を加えて50mlとする。この液25mlに硫酸第一鉄試液0.5ml、塩化第二鉄(Ⅲ)溶液(0.18→100)0.5ml及び希硫酸1mlを加えるとき、液は青色を呈さない。

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~~検~~液

L-システイン塩酸塩5.27g、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム2.23g及び塩化ナトリウム23.4gを水に溶かし、1mol/L水酸化ナトリウム試液でpH4.5に調整し、水を加えて1,000mlとし、希釈液とする。本品約0.1gを精密に量り、乳鉢に入れ、希釈液を加えてかき混ぜた後、正確に100ml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30～50単位を含む液を調製する。

(ii) 操作法

~~試料溶~~検~~液~~ 1mlを正確に量り、試験管に入れ、37±0.5℃で5分間加温した後、あらかじめ37±0.5℃に加温したカゼイン試液(pH7.0)5mlを正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を37±0.5℃で正確に10分間反応させた後、トリクロロ酢酸

試液 5 ml を 正確に 加えて振り混ぜ、再び $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 40 分間放置した後、定量分析用紙（5 種 C）を用いてろ過する。最初の 3 ml を除いたろ液につき、水を対照とし、波長 275 nm における吸光度 A_T を測定する。別に、~~試料溶~~検液 1 ml を正確に量り、トリクロロ酢酸試液 5 ml を 正確に 加えてよく振り混ぜた後、更にカゼイン試液（pH 7.0）5 ml を 正確に 加えてよく振り混ぜて、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 40 分間放置し、以下同様に操作して、吸光度 A_0 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 275 nm における吸光度 A_s を測定する。更に、~~0.1 mol/L~~塩酸につき、水を対照とし、波長 275 nm 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 μg に相当するアミノ酸を生成する酵素量を 1 単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位(単位/g)} = \frac{(A_T - A_0) \times 50}{A_s - A_{s0}} \times \frac{11}{10} \times \frac{1,000}{W}$$

ただし、W：~~試料溶~~検液 1 ml 中の試料の量（mg）

L-プロリン

L-Proline

$\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$

分子量 115.13

~~(S)-2-pyrrolidinecarboxylic acid~~

(2S)-pyrrolidine-2-carboxylic acid ~~—[147-85-3]—~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-プロリン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$) 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 (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 1 分間加熱するとき、黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 1 ml に炭酸ナトリウム溶液 (1→50) 1 ml、ニトロプルシドナトリウム溶液 (1→100) 1 ml 及びアセトアルデヒド溶液 (1→10) 1 ml を加えるとき、液は青色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -84.0 \sim -86.0^\circ$

本品約 4 g を精密に量り、水を加えて溶かし、~~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, 水 10 ml)

(3) 液性 pH5.9~6.9 (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20 μg/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 μg/g以下(0.50g, 第1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0.25g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 1 ml = ~~11.513~~11.51mg C₅H₉N₂O₂

L-プロリン液

L-Proline Solutionm

含量 本品は, L-プロリン (C₅H₉N₂O₂ = 115.13) 50%以下で, その表示量の95~110%を含む。

性状 本品は, 無色の液で, 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 (1) 本品の水溶液(1→200) 5 mlにニンヒドリン溶液(1→50) 1 mlを加え, 水浴中で1分間加熱するとき, 黄色を呈する。

(2) 本品 4 gに水100mlを加え, 混和した液は, 左旋性である。

純度試験 (1) 重金属 PbとしてL-プロリン (C₅H₉N₂O₂) 当たり20 μg/g以下 L-プロリン (C₅H₉N₂O₂) として1.0gに対応する量の試料本品を量り, 水約40mlを加え, 更に酢酸(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2.0mlに酢酸(1→20) 2 ml及び水を加えて50mlとする。

(2) ヒ素 As₂O₃としてL-プロリン (C₅H₉N₂O₂) 当たり4.0 μg/g以下 L-プロリン (C₅H₉N₂O₂) として0.50gに対応する量の試料本品を量り, 水 5 mlを加え, 必要があれば加温して溶かし, 検液とする。装置Bを用いる。

強熱残分 L-プロリン (C₅H₉N₂O₂) 当たり0.10%以下

定量法 L-プロリン (C₅H₉N₂O₂) として約0.25gに対応する量の試料本品を精密に量り, 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 1 ml = ~~11.513~~11.51mg C₅H₉N₂O₂

粉末セルロース

Powdered Cellulose

定 義 本品は、パルプを分解して得られた、セルロースを主成分とするものである。

性 状 本品は、白色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品10gに水290mlを加え、かき混ぜ機を用いて高速度（毎分12,000回転以上）で5分間かき混ぜた後、その100mlを100mlのメスシリンダーに入れ、1時間放置するとき、液は分離し、透明澄明～白色の上澄液と沈殿を生じる。

(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

本品10.0gを量り、水90mlを加え、時々かき混ぜる。1時間後に遠心分離し、その上澄液について測定する。

(2) 水可溶物 1.5%以下

本品を乾燥し、その約~~6.0~~gを精密に量り、新たに煮沸して冷却した水90mlを加え、10分間時々かき混ぜた後、ガラスろ過器（1G4）でろ過し、最初の10mlを除いたろ液を得る。必要があれば、更に先のガラスろ過器でろ過し、澄明なる液を得る。あらかじめ乾燥し、重量質量を精密に量った蒸発皿にろ液15mlを入れ、焦がさないように水浴上で加熱し、蒸発乾固した後、105℃で1時間乾燥し、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（2.0g，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）

(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、液の色は、青紫色又は青色を呈さない。

乾燥減量 10.0%以下（105℃，3時間）

灰 分 0.30%以下（約800℃，2時間）

粉末ビタミンA

Dry Formed Vitamin A

定 義 本品は、ビタミンA脂肪酸エステルを粉末化したもの又はビタミンA油を粉末化したものである。

含 量 本品は、表示量の90～120%のビタミンAを含む。

性 状 本品は、淡黄～淡赤褐色の粉末である。

確認試験 本品のビタミンA 1,500単位に相当する量を取り、0.5gを乳鉢ですりつぶし、温湯10mlを加え、よくかき混ぜて乳状とし、エタノール10mlを加えて乳化状態をなくす。この液をフラスコに移し、更に~~n~~-ヘキサン20mlを加えてよく振り混ぜた後、静置するか、又は遠心分離して二層に分ける。~~n~~-ヘキサン層を採り、水20mlを加えてよく振り混ぜて洗い、水層を分離し、~~n~~-ヘキサン層を減圧下で蒸発乾固する。残留物を石油エーテル5mlにクロロホルムを加えて溶かし、検液とする。以下ビタミンA脂肪酸エステルの確認試験(1)を準用する。~~1ml当たりビタミンA約3μgを含むように調製した後、その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。~~

純度試験 (1) 変敗 本品は、不快なおいがない。

(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)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品2.0gを量り、分解フラスコに入れ、硝酸20mlを加え、内容物が流動状となるまで弱く加熱する。冷後、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈するときは、冷後、硝酸5mlを追加し、加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、シュウ酸アンモニウム溶液(1→25)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25mlとし、この液10mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。標準色は、ヒ素標準液8.0mlを量り、分解フラスコに入れ、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

乾燥減量 5.0%以下(減圧, 4時間)

強熱残分 5.0%以下

定量法 本品約5gを精密に量り、少量の温湯を加えてよく振り混ぜて乳状とし、フラスコに入れ、以下「ビタミンA油」の定量法を準用する。

保存基準 遮光した密封容器に入れ、保存する。

ヘキサン

Hexane

~~n-hexane [110-54-3]~~

定義 本品は、主としてn-ヘキサン(C₆H₁₄)を含む。

性状 本品は、無色澄明な揮発性の液体で、特異なおいがある。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.386$

(2) 比重 0.659～0.687

(3) ~~留分蒸留試験~~ 64～70℃で95vol%以上を留出する。(第2法)

(4) 硫黄化合物 本品 5 mlを量り，硝酸銀アンモニア試液 5 mlを加え，よく振り混ぜながら光を避けて60℃で5分間加熱するとき，液の色は，褐色を呈さない。

(5) ベンゼン ベンゼンとして0.25vol%以下

本品50mlを正確に量り，内標準物質溶液50mlを正確に量って加えて混和し，検液とする。ただし，内標準溶液は，4-メチル-2-ペンタノン0.5mlを量り，紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて100mlとする。別にベンゼン0.25mlを正確に量り，紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて正確に100mlとする。この対照物質液50mlを正確に量り，内標準物質溶液50mlを正確に量って加えて混和し，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，検液中のベンゼンに相当するピークの示すピーク高さ (H) と4-メチル-2-ペンタノン内標準物質の示すピーク高さ (H_0) との比 $Q_T = H/H_0$ は，比較液中のベンゼンの示すピーク高さ (H') と4-メチル-2-ペンタノン内標準物質の示すピーク高さ (H_0') との比 $Q_S = H'/H_0'$ を超えない。ただし，内標準物質液は，メチルイソブチルケトン0.5mlを量り，紫外吸収スペクトル測定用n-ヘキサンを加えて100mlとし，また，対照物質液は，ベンゼン0.25mlを正確に量り，紫外吸収スペクトル測定用n-ヘキサンを加えて正確に100mlとする。

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 μ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3~4 mm，長さ2~3 mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 50~70℃の一定温度

キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。ベンゼンのピークが約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 ベンゼンのピークが約5分後に現れるように調整する。

(6) 蒸発残留物 0.0013w/v%以下

本品150mlを量り，注意しながら蒸発した後，105℃で2時間乾燥し，残留物の重量質量を量る。

(7) 硫酸呈色物 本品 5 mlを量り，試料とし，比色標準液Bを用いて試験を行う。

ヘキサン酸

Hexanoic Acid

カプロン酸

$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

~~Hexanoic acid~~ ~~〔142-62-1〕~~

含 量 本品は、ヘキサン酸 ($C_6H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 2 mlに50vol%エタノール 6 mlを加えて溶かした液は、弱酸性である。

(2) 本品 1 mlにエタノール 1 ml及び硫酸 3 滴を加え、温湯中で 5 分間加温するとき、ヘキサン酸エチルのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.415 \sim 1.418$

(2) 比重 0.926～0.931

(3) アルカリ不溶物 10%以下

本品5.0mlを量り、150mlのカシアフラスコに入れ、よく振り混ぜながら炭酸水素ナトリウム溶液 (1→20) 75mlを 3 回に分けて加え、更に 5 分間よく振り混ぜる。30分間放置した後、水を徐々に加え、不溶性の油分をカシアフラスコの目盛部に上昇させ、1時間放置した後、その容量を測定する。

定 量 法 本品約 1 gを精密に量り、中和エタノール10mlを加えて溶かし、0.5mol/l ~~Et~~ エタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。

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

ヘキサン酸アリル

Allyl Hexanoate

カプロン酸アリル

$C_9H_{16}O_2$

分子量 156.22

~~2-propenyl hexanoate~~ Prop-2-en-1-yl hexanoate ~~〔123-68-2〕~~

含 量 本品は、ヘキサン酸アリル ($C_9H_{16}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、パイナップル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 $n_D^{20} = 1.422 \sim 1.426$

(2) 比重 0.887～0.893

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

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

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

0.5mol/~~1~~エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 78.11mg C₉H₁₆O₂

ヘキサン酸エチル

Ethyl Hexanoate

カプロン酸エチル

C₈H₁₆O₂

分子量 144.21

~~ethyl n-hexanoate~~ Ethyl hexanoate ~~=[123-66-0]~~

含 量 本品は, ヘキサン酸エチル (C₈H₁₆O₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は, 無～淡黄色の透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 ml を加え, 水浴中で振り混ぜながら加熱するとき, 特有のにおいはなくなる。冷後, 硫酸 (1 → 20) で酸性とするとき, ヘキサン酸のにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.406 \sim 1.409$

(2) 比重 0.871～0.875

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 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。

0.5mol/~~1~~エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 72.11mg C₈H₁₆O₂

ペクチン

Pectin

定 義 本品は, かんきつ類, リンゴ等から得られた, 部分的にメチルエステル化されたメチル化ポリガラクトン酸などの水溶性多糖類を成分とするものである。ショ糖, ブドウ糖, 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, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品0.05gを量り, 2-プロパノール 1 ml を加える。更に電磁式かくはん器でかきま

ぜながら、水50mlを加える。0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてpH12に調整した後、15分間放置する。0.5mol/L塩酸を加えてpH7.0に調整した後、水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。ペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5mlを石英セルに入れ、試料液1.0ml、水0.5ml及びペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液0.5mlを加えて混合し、検液とする。別にペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5mlを石英セルに入れ、試料液1.0ml、水1.0mlを加えて混合し、酵素空試験液とする。また、ペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5mlを石英セルに入れ、水1.5ml及び酵素溶液0.5mlを加えて混合し、試料空試験液とする。検液、酵素空試験液及び試料空試験液の波長235nmにおける吸光度を測定する。更に10分後に波長235nmにおける吸光度を測定し、次式により0分の吸光度 A_0 及び10分後の吸光度 A_{10} を求めるとき、吸光度の変化 $(A_{10} - A_0)$ の値は、0.023以上である。

0 分の吸光度 $A_0 = 0$ 分の検液の吸光度 - (0 分の酵素空試験液の吸光度 + 0 分の試料空試験液の吸光度)

10 分後の吸光度 $A_{10} = 10$ 分後の検液の吸光度 - (10 分後の酵素空試験液の吸光度 + 10 分後の試料空試験液の吸光度)

~~(1) 本品 1 g を水 0 ml に加えてよくかき混ぜ、加熱し、冷却するとき、粘性液又はゲル状を呈する。~~

~~(2) 本品の 1% 溶液 5 ml に水酸化ナトリウム溶液 (2 → 25) 1 ml を加えて、15 分間放置するとき、透明へ不透明のゲル又はゲル状の沈殿を生じる。~~

~~(3) (2) で得られたゲル又はゲル状の沈殿に、塩酸 (1 → 5) 1 ml を加えるとき、無色のゲル状の沈殿を生じ、これを煮沸するとき、白色の綿状の沈殿を生じる。~~

純度試験 (1) アミド基 総カルボキシル基に対して25%以下

本品約 5 g を精密に量り、ビーカーに入れ、塩酸 5 ml 及び 60 vol% エタノール 100 ml を加え、10 分間 ~~かくはんし~~ かき混ぜた後、ガラスろ過器 (1G3) を用いてろ過し、残留物を 60 vol% エタノール / 塩酸 / 60 vol% エタノール 混液 (20 : 1 : 20) 15 ml ずつで 6 回洗う。次に、60 vol% エタノールで先のガラスろ過器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う。更にエタノール 20 ml で洗い、105°C で 2.5 時間乾燥し、冷後、~~重量質量~~ を測定する。この約 10 分の 1 に当たる量を精密に量り、その ~~重量質量~~ を W (mg) とする。これにエタノール 2 ml を加えて湿らせ、煮沸して冷却した蒸留水 100 ml を加え、時々振り混ぜてよく水和させた後、フェノールフタレイン試液を 5 滴加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値を V_1 とする。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20 ml を正確に量って加え、よく振り混ぜ、15 分間静置する。~~更にさらに、~~ 0.5 mol/L 塩酸 20 ml を正確に量って加え、液の桃色が消えるまで振り混ぜ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値を V_2 とする。終点は、激しく振り混ぜるとき、液がわずかに桃色を呈するときとする。窒素

定量法中のケルダール法の装置に従い、滴定した液を500mlの分解フラスコに移し、しぶき止め及び冷却器を付ける。あらかじめ0.1mol/L塩酸20ml及び新たに煮沸して冷却した水150mlを吸収用フラスコに入れ、冷却器の下端をこの液中に浸す。水酸化ナトリウム（1→10）溶液20mlを分解フラスコに入れ、泡立ち過ぎないように注意しながら加熱し、80～120mlが留出するまで蒸留する。メチルレッド試液を数滴加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値をSとする。別に空試験を行い、滴定値をBとする。

$$B - S$$

$$\text{総カルボキシル基に対するアミド基の含量} = \frac{B - S}{V_1 + V_2 + (B - S)} \times 100 (\%)$$

(2) ガラクチュロン酸 65%以上

純度試験(1)で得られたW, V_1 , V_2 , B, Sを用いて、次式により求める。

$$\text{ガラクチュロン酸の含量} = \frac{19.41 \times \{V_1 + V_2 + (B - S)\}}{W} \times 100 (\%)$$

~~(3) 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)~~

(34) 総窒素 2.5%以下 ~~(約0.2g, セミマイクロケルダール法)~~

本品約2gを量り、塩酸5ml及び60vol%エタノール100mlを加え、10分間かきまぜた後、ガラスろ過器(1G3)を用いてろ過する。ガラスろ過器上の残留物を60vol%エタノール/塩酸混液(20:1)15mlずつで6回洗い、更に洗液が塩化物の反応を示さなくなるまで60vol%エタノールで洗った後、エタノール20mlで洗う。残留物をガラスろ過器と共に105℃で2.5時間乾燥した後、その約0.2g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で測定する。

~~(45) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下 (1.02.0g, 第1法)~~

~~(56) 二酸化硫黄 50 μ g/g以下「キラヤ抽出物」の純度試験(4)を準用する。~~

~~(67) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)~~

(7) 総不溶物 3.0%以下

本品1gを250mlビーカーに量り、2-プロパノール5mlを加え、分散する。電磁式かくはん器でかき混ぜながら、あらかじめガラス繊維ろ紙でろ過した0.1%エチレンジアミン四酢酸ナトリウム溶液を含む0.03mol/L水酸化ナトリウム溶液100mlを加える。30分間かき混ぜた後、沸騰するまで加熱する。泡立ちが激しい場合は加熱を弱める。直ちに又は熱時、あらかじめ105℃の乾燥機に約1時間入

れた後、デシケーター中で冷却し、質量を測定した直径70mmのガラス繊維ろ紙を用いて減圧ろ過する。ビーカーを、あらかじめガラス繊維ろ紙でろ過した温湯100mlずつで5回洗い、それぞれの洗液を先のろ紙でろ過した後、その残留物をろ紙と共に105℃で1時間乾燥する。デシケーター中で冷却した後、その質量を精密に量る。

$$\text{総不溶物} = \frac{[\text{残留物の質量 (g)} - \text{ろ紙の質量 (g)}]}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(8) 2-プロパノールとメタノールの合計量 1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り、薄めた内標準溶液(1→25)10mlを正確に加え、密栓し、均一に分散するまでかき混ぜる。この液を遠心式限外ろ過ユニットに移し、毎分5,000回転で30分間遠心ろ過し、ろ液を検液とする。ただし、内標準溶液はtert-ブタノール溶液(1→1,000)とする。別に2-プロパノール及びメタノールをそれぞれ約0.1gずつ精密に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液10ml及び内標準溶液4mlを正確に量り、水を加えて正確に100ml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-プロパノール及びメタノールのピーク面積比 Q_{T1} と Q_{T2} 及び Q_{S1} と Q_{S2} を求め、次式により2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} (\%)$$

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン検出器

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 メタノールの保持時間が約2分,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 12.0%以下 (105℃, ~~5~~2時間)

~~灰分~~ 10.0%以下

酸不溶性灰分 1.0%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5,000以下である。また大腸菌は認めない。

ベニコウジ色素

Monascus Color

モナスカス色素

定 義 本品は、ベニコウジカビ (*Monascus pilosus*又は*Monascus purpureus*) の培養液から得られた、アノカフラビン類及びモノスコルブリン類を主成分とするものである。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は50以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は暗赤色の粉末、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50に換算して1 gに相当する量を取り、水/~~エ~~タノール~~水~~混液 (1 : 1) 100mlを加えて溶かした液は赤だいたい色~暗赤色を呈する。

(2) (1)の~~溶液~~ 1 mlに、アンモニア水 1 ml及びアセトン 1 mlを加え、45~55℃で1分間加熱するとき、液の色は黄だいたい色を呈し、10分間放置するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(3) (1)の~~溶液~~ 0.1mlに硝酸 3 mlを加えて直ちに振りまぜるとき、液の色は黄色を呈する。

(4) 本品に水/~~エ~~タノール~~水~~混液 (1 : 1) を加えて溶かした液は、波長480~520 nmに極大吸収部がある。

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

(4) シトリニン 0.2 μ g/g以下 (色価50に換算)

メタノールで洗浄し、水置換したスチレン-ジビニルベンゼン系又はアクリル酸エステル系吸着用樹脂を、内径1 cmのガラス~~カラム~~管に樹脂高10cmとなるよう充てんする。本品の表示量から、色価50に換算して約1 gに相当する量を精密に量り、

ガラスカラム管の樹脂上に積層する。次にメタノール／水混液（7：3）を流速2～3 ml／分で流下させ、初めの溶出液20mlを採取する。なお、吸着用樹脂については、シトリンが20ml以内に溶出することを確認する。この液を孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過して検液とする。別にシトリン10.0mgを正確に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に100mlとする。この液1 mlを正確にとり量り、メタノール／水混液（7：3）を加えて正確に100mlとする。さらに、更にこの液1.0ml、5.0ml及び10.0ml、5.0ml、1.0mlを正確に量り、メタノール／水混液（7：3）を加えてそれぞれ正確に100mlとし、~~た液を標準液とする。~~検液及び3濃度の標準液をそれぞれ5 μlずつを量り、~~それぞれの液につ~~き、次の操作条件で速やかに液体クロマトグラフィーを行う。次にシトリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。ただし、検液のシトリンのピークは、他のピークのテーリングの影響を受けるため、シトリンの定量は、テーリング上のピークとしての面積処理を行った上で、検量線を用いて行う。

操作条件

検出器 蛍光検出器（励起波長330nm，蛍光波長500nm）

カラム充てん剤 5 μmのオクタデシルシリル化シリカゲル~~化学結合型オクタデシルシリル~~

カラム管 内径3.9～4.6mm，長さ25～30cmのステンレス管

カラム温度 常温

移動相 水／アセトニトリル~~水~~／トリフルオロ酢酸混液（100：100：0.1）

流速 1 ml／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 水／エタノール~~水~~混液（1：1）

測定波長 波長480～520nmの極大吸収部

ベニバナ赤色素

Carthamus Red

カーサマス赤色素

定義 本品は、ベニバナ (*Carthamus tinctorius* Linné) の花から得られた、カルタミ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500以上で、その表示量の90～110%を含む。

性状 本品は、暗赤色～暗紫色の粉末、塊又はペーストで、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価500に換算して0.1gに相当する量の本品をとり、ジメチルホルムアミド200mlを加えて溶かした液は、赤色を呈し、波長525～535nmに極大吸収部がある。

(2) 本品の表示量から、色価500に換算して0.01gに相当する量の本品をとり、水50mlを加えて得られた液は、赤色を呈する。この液に水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、暗黄色を呈する。この液に希塩酸を加えて酸性にするとき、液の色は、赤色に変わる。

(3) 本品の表示量から、色価500に換算して1gに相当する量の本品をとり、ジメチルホルムアミド10mlを加えて溶かし、~~を~~検液とする。検液2 μ lを量り、対照液を用いず、~~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とき、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、Rf値が約0.4付近にだいたい赤色のスポットを認め、このスポットは、紫外線(波長255nm付近)を照射するとき、赤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を110℃で1時間乾燥したものを使用する。~~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)

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 ジメチルホルムアミド

測定波長 波長525～535nmの極大吸収部

ベニバナ黄色素

Carthamus Yellow

カーサマス黄色素

定義 本品は、ベニバナ(*Carthamus tinctorius* Linné)の花から得られた、サフラノールイエロー類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($E_{1cm}^{10\%}$)は100以上で、その表示量の90～110%を含む。

性状 本品は、黄～暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価100に換算して0.1gに相当する量の本品をとり、

クエン酸緩衝液 (pH5.0) 100mlを加えて溶かした液は、黄色を呈し、波長400~408nmに極大吸収部がある。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、ややだいたい色を増す。

(3) 本品の表示量から、色価100に換算して1gに相当する量の本品をとり、水1mlを加えて溶かし、更にメタノール10mlを加えてかき混ぜた後、毎分3,000回転で10分間遠心分離して得られる上澄液を検液とする。検液2 μ lを量り、対照液を用いず、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を行ういとき、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、Rf値が0.20~0.50付近に2個以上の黄色のスポットを認める。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。七、~~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)

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 クエン酸緩衝液 (pH5.0)

測定波長 波長400~408nmの極大吸収部

ペプシン

Pepsin

定義 本品は、動物又は魚類から得られた、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、1g当たり110,000単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、弱い吸湿性のある白~淡黄褐色の粉末又は淡黄褐色~褐色のペースト若しくは液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品を酢酸緩衝液 (pH5.4) に溶かした液 (1→500~1,000) は、波長272~278nmに極大吸収部がある。

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5.0~~10~~ μ g/g以下 (1.0~~2.0~~g, 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)~~

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) ~~試料溶液~~

約1,250単位の酵素活性に対応する量の本品を精密に量り、氷冷した 0.01mol/L塩酸を加え、正確に50mlとする。

(ii) 操作法

約1,250単位の酵素活性に対応する量の含糖ペプシン標準品を精密に量り、氷冷した0.01mol/L塩酸を加え、正確に50mlとし、標準溶液とする。氷冷しながら~~試料溶液及び標準溶液をそれぞれ 1 mlずつをそれぞれ正確に量り~~、あらかじめ正確に量り 37±0.5℃で10分間加温したカゼイン試液 (pH2.0) 5 mlずつにそれぞれ加え、直ちに振り混ぜる。これらの液を37±0.5℃で正確に10分間反応させ、トリクロロ酢酸溶液 (7.2→100) 5 mlを正確に加えて振り混ぜ、再び37±0.5℃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3 mlを除いたろ液 2 mlずつをそれぞれ正確に量り、0.55mol/L炭酸ナトリウム溶液 5 ml及びフォリン試液溶液 (1→3) 1 mlをそれぞれに正確に加え、37±0.5℃で30分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、波長660nmにおける吸光度を測定し、それぞれの吸光度をA_T及びA_Sとする。

別に、~~試料溶液及び標準溶液 1 mlずつをそれぞれ正確に量り~~、トリクロロ酢酸溶液 (7.2→100) 5 mlをそれぞれに正確に加えて振り混ぜる。次に、カゼイン試液 (pH2.0) 5 mlをそれぞれに正確に加え、37±0.5℃で30分間放置した後、定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過する。最初の3 mlを除いたろ液 2 mlずつをそれぞれ正確に量り、以下同様に操作して、それぞれの吸光度A_{TB}及びA_{SB}を測定し、次式により酵素活性を求める。

$$\text{本品中の酵素活性の単位(単位/g)} = \frac{U_s \times (A_T - A_{TB})}{A_S - A_{SB}} \times \frac{1}{W}$$

ただし、U_s : 標準溶液 1 ml中の単位数

W : ~~試料溶液~~ 1 ml中の試料の量 (g)

ヘプタン酸エチル

Ethyl Heptanoate

エナント酸エチル

$C_9H_{18}O_2$

分子量 158.24

~~Ethyl heptanoate~~ ~~〔[106-30-9]〕~~

含 量 本品は、ヘプタン酸エチル ($C_9H_{18}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、ワインのようににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の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 $n_D^{20} = 1.411 \sim 1.416$

(2) 比重 0.869～0.874

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

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定 量 法 本品約0.8g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 = 79.12mg $C_9H_{18}O_2$

l-ペリルアルデヒド

l-Perillaldehyde

l-ペリラアルデヒド

$C_{10}H_{14}O$

分子量 150.22

~~4-(1-methylethenyl)-1-cyclohexene-1-carbaldehyde~~

(4*S*)-4-(1-Methylethenyl)cyclohex-1-ene-1-carbaldehyde ~~〔[18031-40-8]〕~~

含 量 本品は、*l*-ペリルアルデヒド ($C_{10}H_{14}O$) 90.0%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、強いシソのようににおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5ml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、白色の結晶塊を生じる。

(2) 本品0.5mlにヒドロキシルアミン試液10mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で10分間加熱した後、エタノールの大部分を留去し、水50mlを加えて5℃以下に放置するとき、結晶が析出する。これをろ取し、エタノールを用いて再結晶するとき、その融点は、100～103℃である。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.504 \sim 1.510$

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -110.0 \sim -150.0^\circ$

- (3) 比重 0.965~0.975
- (4) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)
- (5) 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、加熱時間は、30分間とする。

$0.5\text{mol}/\text{L}$ 塩酸 1 ml = 75.11mg $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$

ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol

$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$

分子量 108.14

~~Phenylmethanol~~ ~~〔[100-51-6]〕~~

含量 本品は、ベンジルアルコール ($\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明の液体で、弱い特有のにおいがある。

確認試験 本品2~3滴を過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5 mlに加え、硫酸 (1→20) を加えて酸性とするとき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.538 \sim 1.541$

(2) 比重 1.045~1.050

(3) 溶状 本品1.0mlを量り、水35mlを加えて溶かすとき、濁っても油分を直ちに分離しない。

(4) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品10mlを量り、中和エタノール10ml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、液は、紅色を呈さない。この液に0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.20mlを加えて振り混ぜるとき、液は、紅色を呈する。

(5) アルデヒド類 本品5g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、0.5mol/L塩酸の消費量は、0.20ml以下である。

(6) ハロゲン化合物 香料試験法による

定量法 本品約0.5gを精密に量り、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、試料の量は、0.5gとする。~~

$0.5\text{mol}/\text{L}$ エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 54.07mg $\text{C}_7\text{H}_8\text{O}$

ベンズアルデヒド

Benzaldehyde

C_7H_6O

分子量 106.12

~~Benzaldehyde~~ ~~—~~ ~~[[100-52-7]]~~ ~~—~~

含 量 本品は、ベンズアルデヒド (C_7H_6O) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の液体で、アーモンド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。 ~~(1) 本品 3 滴にフェノール 0.1 g 及び硫酸 2 ml を加えて振り混ぜるとき、暗赤色となり、一部樹脂化する。この液 3 滴を採り、水 5 ml を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) でアルカリ性とするとき、液は、紫色を呈する。~~

~~(2) 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。これに水 5 ml を加えるとき、溶ける。~~

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.544 \sim 1.547$

(2) 比重 1.044 ~ 1.049

(3) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

(4) ハロゲン化合物 香料試験法による

定 量 法 本品約 0.8g 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、10 分間とする。

0.5 mol/L 塩酸 1 ml = 53.06mg C_7H_6O

没食子酸プロピル

Propyl Gallate

$C_{10}H_{12}O_5$

分子量 212.20

~~Propyl 3,4,5-trihydroxybenzoate~~ ~~—~~ ~~[[121-79-9]]~~ ~~—~~

含 量 本品を乾燥したものは、没食子酸プロピル ($C_{10}H_{12}O_5$) 98.0 ~ 102.0% を含む。

性 状 本品は、白 ~ 淡褐黄色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 10ml を加えて溶かし、これを蒸留して初留液分約 4 ml を採るとき、その液は、澄明で、加熱するとき、プロパノールのにおいを発する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 → 50) 5 ml に塩化第二鉄 (III) 溶液 (1 → 500) 1 滴

を加えるとき、液は、紫色を呈する。

純度試験 (1) 融点 146~150°C (乾燥物)

(2) 溶状 本品0.50gを量り、エタノール10mlを加えて溶かした液は、比色標準液Cより濃くない。

(3) 塩化物 Clとして0.028%以下

本品1.50gを量り、水75mlを加え、約70°Cに5分間加温した後、約20°Cに冷却してろ過する。ろ液25mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.40mlを用いる。

(4) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下

(3)のろ液25ml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20 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15mlを加え、加熱して溶かし、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、水を加えて50mlとする。この液25mlを量り、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 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1.5%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 あらかじめガラスろ過器(1G4)を110°C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。本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水150mlを加えて煮沸する。これを強くかき混ぜながら硝酸ビスマス試液50mlを加え、更に数分間かき混ぜ、沈殿を先のガラスろ過器でろ過し、氷冷した硝酸(1→300)5mlずつで2回洗い、次に青色リトマス紙が赤色を呈さなくなるまで氷水で洗った後、110°Cで3時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量~~質量を精密に量り、次式により含量を求める。

沈殿の~~重量~~質量 (g) × 0.4865

没食子酸プロピル (C₁₀H₁₂O₅) の含量 = $\frac{\text{沈殿の重量質量 (g)} \times 0.4865}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$

ポリアクリル酸ナトリウム

Sodium Polyacrylate

$(C_3H_3NaO_2)_n$
~~sodium salt of polyacrylate~~ Poly(sodium 1-carboxylatoethylene)

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 → 500) 10ml に硫酸マグネシウム試液 1 ml を加えて振り混ぜるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離アルカリ 本品 0.20g を量り、水 60ml を加え、よく振り混ぜて溶かし、塩化カルシウム溶液 (3 → 40) 3 ml を加え、水浴上で約 20 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ紙上の残留物は、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 ml とし、これを A 液とする。A 液 50ml を量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は紅色を呈さない。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.48% 以下

(1) の A 液 20ml を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.40ml を用いる。

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

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

(5) 残存モノマー 1.0% 以下

本品約 1g を精密に量り、300ml のヨウ素瓶に入れ、水 100ml を加え、時々振り混ぜながら約 24 時間放置して溶かす。この液に臭素酸カリウム・臭化カリウム試液 10ml を正確に量って加え、よく振り混ぜ、塩酸 10ml を手早く加え、直ちに密栓して再びよく振り混ぜた後、ヨウ素瓶の上部にヨウ化カリウム試液 20ml を入れ、暗所で 20 分間放置する。次に栓を緩めてヨウ化カリウム試液を流し込み、直ちに密栓をしてよく振り混ぜた後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液)。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{残存モノマーの含量} = \frac{0.0047 \times (a - b)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

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

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

(6) 低重合物 5.0% 以下

あらかじめガラスろ過器 (1G4) を 105°C 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。次に本品約 2 g を精密に量り、水 200 ml を加え、時々振り混ぜて溶かす。この液にかき混ぜながら塩酸 50 ml を加え、約 40℃ の水浴中でかき混ぜながら 30 分間加温した後、24 時間放置する。この液をろ過し、ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、わずかに紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液（2 → 5）を加えた後、紅色が消えるまで塩酸（1 → 30）を滴加する。次に水 200 ml を加え、かき混ぜながら塩化カルシウム溶液（3 → 40）25 ml を滴加した後、約 40℃ の水浴中でかき混ぜながら 30 分間加温する。この液を先のガラスろ過器を用いて吸引ろ過し、残留物は、水 10 ml ずつで 3 回洗った後、105℃ で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量~~質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{低重合物の含量} = \frac{\text{残留物の重量質量 (g)} \times \cancel{1.0324} 1.032}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

乾燥減量 10.0% 以下（105℃，4 時間）

強熱残分 76.0% 以下（乾燥物換算）

ポリイソブチレン

Polyisobutylene

ブチルゴム

$(C_4H_8)_n$

~~homopolymer of 2-methyl-1-propene~~ Poly(1,1-dimethylethylene) ~~〔9003-27-4〕~~

定義 本品は、イソブチレンの重合体である。重合成分としてイソブチレンを 2% まで含むことがある。

性状 本品は、無～淡黄色の弾力性のあるゴム性の半固体又は粘稠な物質で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、味がない。

確認試験 本品約 1 g に ~~ヘ~~ヘキサン 5 ml 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、 $1,393\text{cm}^{-1}$ 、 $1,370\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 950cm^{-1} 及び 920cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 0.50 g を量り、~~ヘ~~ヘキサン 50 ml を加え、約 80℃ の水浴中で加熱しながら溶かし、検液とする。

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

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

(4) 塩素化合物 Clとして0.028%以下

本品0.50g及び炭酸カルシウム0.7gを量り、磁製のるつぼに入れ、少量の水を加えて混ぜ合わせ、100℃で乾燥した後、約600℃で10分間加熱する。冷後、残留物に硝酸（1→10）20mlを加えて溶かしてろ過し、不溶物を水約15ml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0.7gを量り、硝酸（1→10）20mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、0.01mol/L塩酸0.40ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液及び比較液それぞれ再液に硝酸銀溶液（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。

(5) 総不飽和物 2.0%以下

本品を切断して細片とし、その約0.5gを精密に量り、シクロヘキサン100mlを加え、密栓して一夜放置し、溶かす。不溶物が残る場合は、約1時間振り混ぜて完全に溶かし、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、ウィイス液15mlを正確に加えてよく混和する。溶液が澄明にならないときは、シクロヘキサンを添加して澄明にし、密栓して遮光し、20～30℃で時々振り混ぜて30分間放置した後、ヨウ化カリウム溶液（1→10）20ml及び水100mlを加えて振り混ぜ、遊離したヨウ素をあらかじめ四塩化炭素100mlを入れた500mlのフラスコに入れ、フラスコを密栓し、一夜放置し、本品を完全に溶解する。この液にトリクロロ酢酸・四塩化炭素溶液（1→5）5mlを加え、更にヨウ素・四塩化炭素試液20ml及び酢酸第二水銀・酢酸溶液（3→100）20mlを加える。フラスコを密栓し、混合物を激しく振り混ぜ、十分に混和する。正確に30分間暗所に静置後、ヨウ化カリウム溶液（3→40）75mlを加え、2分間激しく振り混ぜる。次に栓をはずし、蒸留水で器壁の液をフラスコ中に洗い込み、直ちに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し、次式により総不飽和物の含量を求めらる。

$$\text{総不飽和物の含量} = \frac{1.87 \times (a - b) \times 0.1}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

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

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

(6) 低重合物 1.2%以下

本品約10gを精密に量り、~~ベンゼン~~シクロヘキサン40mlを加え、還流冷却器を付け、時々振り混ぜながら水浴上で加熱して溶かす。冷後、メタノール40mlを加え、よく振り混ぜた後、冷所に1時間静置する。上澄液を放置した後、ろ過する。このろ液を、あらかじめ乾燥し、質量を精密に量ったフラスコに移しとり、約50℃で減

圧留去し減圧下に蒸発乾固した後、減圧デシケーター中で20時間乾燥し、残留物の重量質量を精密に量る。

強熱残分 0.20%以下

ポリビニルポリピロリドン

Polyvinylpolypyrrolidone

~~homopolymer of 1-ethenyl-2-pyrrolidinone~~

~~Cross linked poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene] $\text{[9003-39-825249-54-1]}$~~

含量 本品を無水物換算したものは、窒素 (N=14.01) 11.0~12.8%を含む。

性状 本品は、白色から微黄白色の粉末で、においはない。

確認試験 ~~(1) 本品 1 g を量り、10 ml の水を加え、よくかき混ぜる。これにヨウ素試液 0.1 ml を加え、30 秒間振り混ぜ、更にデンプン試液 1 ml を加えて振り混ぜるとき、液は、青色を呈しない。~~

~~(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト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。するとき、 $2,950\text{cm}^{-1}$ 、 $1,660\text{cm}^{-1}$ 、 $1,420\text{cm}^{-1}$ 及び $1,200\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

純度試験 (1) 液性 pH 5.0~8.0 (1.0g, 水100ml)

(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2法, 装置B)

(4) 水可溶物 1.5%以下

本品約~~25.0~~gを精密に量り、平底フラスコに入れ、これに水225mlを加え、還流冷却器を付け、かくはん機を用いてかき混ぜながら20時間穏やかに煮沸する。冷後、これをメスフラスコに移し、水を加えて正確に250mlとし、15分間静置放置した後、~~この~~上澄液を遠心管に移し、 $10,000\times g$ で1時間遠心分離する。この上澄液を孔径~~0.45~~ $0.45\mu\text{m}$ のメンブランフィルター(孔径 $0.45\mu\text{m}$)でろ過し、ろ液50mlを正確に量り、あらかじめ精密に重量質量を量ったガラス製蒸発皿に入れ、蒸発乾固し、 90°C で3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。

(5) ビニルピロリドン 0.1%以下

本品約~~4.0~~4gを精密に量り、水30mlを加え、15分間かき混ぜる。これを遠心管に移し、水20mlを加えて遠心分離し、~~この~~上澄液をろつぼ型ガラスろ過器(1G4)でろ過する。遠心管の残留物及びろ過器上の残留物を水50mlずつで洗う。ろ液と洗液を合わせ合わせ、これに酢酸ナトリウム~~500mg~~0.50gを加え、 0.05mol/L ヨウ素溶液をヨウ素の色が消えなくなるまで加える。~~さらに~~更に3.0mlの 0.05mol/L ヨウ素溶液

を加え、10分間静置し、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とき、0.05mol/Lのヨウ素溶液の消費量は0.72ml以下である（指示薬 デンプン試液 3 ml）。別に空試験を行い補正する。

水分 6.0%以下（1 g, 直接滴定）

強熱残分 0.40%以下

定量法 本品約0.2gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により窒素を定量し、更に無水物換算を行う。

0.05mol/L硫酸 1 ml = ~~1.4007~~1.401mg N

ポリブテン

Polybutene

ポリブチレン

~~homopolymer of butene~~

定義 本品は、イソブチレンを主成分とする重合体である。

性状 本品は、無～微黄色の粘稠ちような液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がない。

確認試験 本品約1gに~~≡~~ヘキサン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、 $1,393\text{cm}^{-1}$ 、 $1,370\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 950cm^{-1} 及び 920cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (0.50g, ~~≡~~ヘキサン~~5.0-5~~ml)

(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) 塩素化合物 Clとして0.014%以下

「ポリイソブチレン」の純度試験(4)を準用する。ただし、0.01mol/L塩酸は0.20mlを用いる。

(5) 低重合物 0.40%以下

本品約10gを精密に量り、メタノール10mlを加え、還流冷却器を付け、時々振り混ぜながら水浴上で1時間加熱した後、冷所に1時間静置放置した後、ろ過する。上澄液このろ液を蒸発皿に移し、約 50°C でほぼ乾燥した後、あらかじめ乾燥し、質量を精密に量ったフラスコにとり、約 50°C で減圧下に蒸発乾固した後、減圧デシケ

一ター中で20時間乾燥し、その残留物の~~重量~~質量を精密に量る。
強熱残分 0.05%以下 (5g)

ポリリン酸カリウム
Potassiu Polyphosphate

含量 本品を乾燥したものは、~~五~~酸化リン (V) ($P_2O_5=141.94$) として43.0~76.0%を含む。

性状 本品は、白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無~白色のガラス状の片若しくは塊である。

確認試験 (1) 本品0.1gに酢酸ナトリウム0.4g及び水10mlを加えて溶かし、酢酸 (1→20) を加えて弱酸性とし、硝酸銀溶液 (1→50) 3mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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、わずかに微濁 (1.0g, 酢酸ナトリウム~~4.0~~4g及び水100ml)

(2) 塩化物 Clとして0.11%以下 (0.10g, 比較液 0.01mol/~~1~~塩酸0.30ml)

(3) 正リン酸塩 本品1.0gを量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2~3滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.096%以下

本品0.20gを量り、水30ml及び塩酸 (1→4) 2mlを加え、1分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.005mol/~~1~~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20 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水30ml及び硝酸3~4滴を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、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2.0mlに塩酸 (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 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

乾燥減量 5.0%以下 (110 $^{\circ}$ C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、硝酸5ml及び水25mlを加えて溶かし、蒸発する水を補いながら30分間煮沸し、冷後、水を加えて正確に500mlとし、必要があれば乾燥ろ紙でろ過し、検液とする。検液5mlを正確に量り、バナジン酸・モリブデン酸試液20ml及び水を加えて正確に100mlとし、よく振り混ぜて30分間放置した後、波長400nmにおける吸光度を測定する。対照液は、水5mlを用いて検液の場合と同様に操作し、調製する。別にリン酸一カリウム標準液10mlを正確に量り、硝酸 (1

→25) 20mlを加え, 更に水を加えて正確に250mlとする。この液10ml, 15ml及び20mlをそれぞれ正確に量り, 検液の場合と同様に操作して吸光度を測定し, 検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液 5 ml中のリン (P) の重量質量 (mg) を求め, 次式により五酸化リン (P_2O_5) の含量を求める。

五酸化リン (V) (P_2O_5) の含量

$$= \frac{\text{検液 5 ml中のリン (P) の重量質量 (gms)} \times \frac{2.29142.291}{2.29142.291} \times 100}{\text{試料の採取量 (gms)}} \times 100 (\%)$$

ポリリン酸ナトリウム

Sodium Polyphosphate

含 量 本品を乾燥したものは, 五酸化リン (V) ($P_2O_5 = 141.94$) として53.0~80.0% を含む。

性 状 本品は, 白色の粉末又は無~白色のガラス状の片若しくは塊である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mlに酢酸 (1→20) を加えて弱酸性とし, 硝酸銀溶液 (1→50) 1 mlを加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

(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, わずかに微濁

本品の粉末1.0gを量り, 水20mlを加え, 加熱して溶かし, 検液とする。

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

(3) 正リン酸塩 本品の粉末1.0gを量り, 硝酸銀溶液 (1→50) 2~3滴を加えるとき, 著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.048%以下

本品の粉末0.40gを量り, 水30ml及び塩酸 (1→4) 2 mlを加え, 1分間煮沸して溶かし, 冷後, 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) 1 ml及び水を加えて50mlとする。

(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品の粉末1.0gを量り, 水20mlを加えて溶かし, 酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し, 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。

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

乾燥減量 5.0%以下 (110℃, 4時間)

定 量 法 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

d-ボルネオール

d-Borneol

C₁₀H₁₈O

分子量 154.25

~~(1R-endo)-1,7,7-trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-ol~~

(1R,2S,4R)-1,7,7-Trimethylbicyclo[2.2.1]heptan-2-ol [464-43-7]

含 量 本品は、d-ボルネオール (C₁₀H₁₈O) として95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、リュウノウのようなにおいがある。

確認試験 (1) 本品を等量のチモールとすり混ぜるとき、液状となる。

(2) 本品約0.1gを試験管に採りとり、約45°に傾けて底部をブンゼンバーナーの無色炎中で1分間加熱するとき、試験管上部に白色の昇華物が付着する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +16.0 \sim +37.0^\circ$ (2.5g, エタノール25ml)

(2) 融点 205~210°C

(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)

定 量 法 本品約1gを精密に量り、200mlの共栓フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液5mlを正確に量って加え、還流冷却器を付け、すり合わせの部分に2~3滴のピリジンでぬらし、水浴中で3時間加熱する。冷後、冷却器を通じて水10mlで洗い込み、常温まで冷却する。更に水10mlを加え、栓をしてよく振り混ぜた後、中和エタノール5mlですり合わせ部分及びフラスコの内壁を洗い込み、0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する。(指示薬 クレゾールレッド・チモールブルー試液10滴)。別に空試験を行う。

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = ~~77.13~~ 77.12mg C₁₀H₁₈O

マリーゴールド色素

Marigold Color

定 義 本品は、マリーゴールド (Tagetes patula Linné又はTagetes erecta Linné又はそれらの種間雑種)の花から得られた、キサントフィルを主成分とするものである。

色 価 本品の色価 (E_{1cm}^{10%}) は 2,500以上で、その表示量の95~115%を含む。

性 状 本品は、暗褐色の固体又は液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 2,500に換算して0.1gに相当する量を取り、

エタノール/~~#~~ヘキサン混液（1：1）100mlを加えて溶かした液は、濃黄色を呈する。

- (2) 本品にエタノール/~~#~~ヘキサン混液（1：1）を加えて溶かした液は、波長469～475nm及び441～447nmに極大吸収部がある。~~ただし、これらの極大吸収部に加えて~~波長420～426nmに極大吸収部があるものもある。
- (3) 本品の表示量から、色価2,500に換算して0.1gに相当する量を取り、エタノール/~~#~~ヘキサン混液（1：1）10mlを加えて溶かし、検液とする。検液5 μ lを量り、対照液を用いず、トルエン/酢酸エチル/エタノール混液（15：4：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、~~うとき、~~展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、5%亜硝酸ナトリウム溶液を噴霧し、続けて0.5mol/L硫酸を噴霧し、観察するとき、~~Rf R_f 値が~~0.8付近（ルテインの脂肪酸エステル）及び~~Rf R_f 値が~~0.35付近（ルテイン）の~~両方又はそのいずれ~~かに黄色のスポットを認める。これらのスポットの色は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、直ちに脱色する。~~三塩化アンチモン試液により暗青色を呈する。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を110℃で1時間乾燥したものを使用する。し、展開溶媒の先端が原線から約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 エタノール/~~#~~ヘキサン（1：1）

測定波長 波長441～447nmの極大吸収部

マルトール

Maltol

C₆H₆O₃

分子量 126.11

3-Hydroxy-2-methyl-4H-pyran-4-one ~~〔118-71-8〕~~

含 量 本品は、マルトール (C₆H₆O₃) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又はわずかに黄色を帯びた針状結晶又は結晶性の粉末で、甘いにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤ペースト法により測定し、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) 融点 160~163°C

(2) 溶状 澄明 (0.10g, 70vol%エタノール5.0-5ml)

(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0.2gを精密に量り、0.1mol/L塩酸を加えて溶かし、正確に500mlとし、更にこの液5mlを正確に量り、0.1mol/L塩酸を加えて正確に200mlとし、検液とする。別に定量用マルトール約0.2gを精密に量り、0.1mol/L塩酸を加えて溶かし、正確に500mlとし、更にこの液5mlを正確に量り、0.1mol/L塩酸を加えて正確に200mlとし、標準液とする。0.1mol/L塩酸を対照液として、検液及び標準液のにつき、~~0.1mol/L塩酸を対照液として~~波長274nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定し、~~それぞ~~れA_T及びA_Sとし、次式により含量を求める。

$$\text{マルトール (C}_6\text{H}_6\text{O}_3\text{) の含量} = C \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{\text{標準液の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

ただし、C：標準液中のマルトールの濃度 (μg/ml)

マルトール (C₆H₆O₃) の含量

$$= \frac{\text{定量用マルトールの採取量 (g)} \times A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times A_S} \times 100 (\%)$$

D-マンニトール

D-Mannitol

D-マンニット

$C_6H_{14}O_6$

分子量 182.17

~~(2R,3S,4R,5R)-2,3,4,5,6-pentahydroxycyclohexane-1-carboxylic acid~~D-Mannitol ~~〔69-65-8〕~~

含 量 本品を乾燥したものは、D-マンニトール ($C_6H_{14}O_6$) 96.0～101.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は粉末で、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 (1→5) 3 mlを、あらかじめ塩化第二鉄 (III) 溶液 (1→10) 1 mlを入れた試験管に加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1.5 mlを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。更に激しく振り混ぜるとき、沈殿は溶けて黄色の透明澄明な液となり、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を追加しても、沈殿を生じない。

(2) 本品0.5 gに無水酢酸 3 ml及びピリジン 1 mlを加え、水浴中で時々振り混ぜながら加熱して完全に溶かす。更に5分間加熱を続けた後、冷却する。この液に水20 mlを加え、よく混和して5分間放置した後、生じた結晶をろ取り、水で洗い、ジエチルエーテルから再結晶するとき、その融点は、120～125℃である。

純度試験 (1) 融点 165～169℃

(2) 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。

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

(4) ニッケル 本品0.5 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。

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

(6) 糖類 本品0.5 gを量り、水10 ml及び塩酸 (1→4) 2 mlを加えて2分間煮沸し、冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 5 mlを加える。5分間放置した後、フェーリング試液2 mlを加えて1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄～赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 0.30%以下 (105℃, 4時間)

強熱残分 0.02%以下 (5 g)

定 量 法 本品及び定量用D-マンニトールを乾燥し、~~それぞれ約1 gずつを精密に量り、それぞれを水に溶かして正確に50 mlとし、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。水を加えてそれぞれ正確に10 mlずつとし、~~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。検液及び標準液それぞれの液の D-マンニトールとプロピレングリコールのピーク高さ又はピーク面積 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-マンニトールのピーク高さ比又はピーク面積比、 A_T 及び A_M を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{D-マンニトール (C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{) の含量} \\ & = \frac{\text{定量用 D-マンニトールの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad \frac{A_S}{A_M}} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

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

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 ~~50~~ 40~85°C の一定温度

移動相 水

流量 0.5~1.0 ~~1~~ ml/分の一定量

ミックストコフェロール

Mixed Tocopherols

ミックスビタミン

定 義 本品は、植物性油脂から得られた、*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 34% 以上を含む。

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 「*d*- α -トコフェロール」の確認試験を準用する。

純度試験

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

「*d*- α -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2) 酸価 5.0 以下 (~~油脂類試験法~~) 「トコリエノール」の純度試験(2)を準用する。

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

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

(5) 抗酸化力価 40 以上

総トコフェロール約0.030g~~20mg~~に対応する量の本品を精密に量り、200ml褐色メスフラスコに入れ、無水エタノールを加えて溶かし、~~正確に~~200mlとする。この液及び無水エタノール2mlを25ml褐色メスフラスコに正確にとり、塩化第二鉄(Ⅲ)の無水エタノール溶液(1→500)1mlを加え、直ちにα,α'-ジピリジルの無水エタノール溶液(1→200)1mlを加えて軽く振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に25mlとし、それぞれ検液及び比較液とする。別に塩化第二鉄の無水エタノール溶液(1→500)1mlを加え、α,α'-ジピリジルの無水エタノール溶液(1→200)1mlを加えて軽く振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に25mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、塩化第二鉄(Ⅲ)の無水エタノール溶液を加えてから正確に10分後に、無水エタノールを対照として、検液及び比較液の波長520nmにおける吸光度A及びA'をそれぞれ測定し、A及びA'とする。次式により抗酸化力価を求める。

$$\text{抗酸化力価} = \frac{A - A'}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{28.82 \times 2 \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

定量法 「d-α-トコフェロール」の定量法を準用する。

ミツロウ

Bees Wax

オウロウ

ビースワックス

ベースワックス

定義 本品は、ミツバチ (*Apis spp.*) の巣から得られた、パルミチン酸ミリシルを主成分とするものである。

性状 本品は、白～黄白色又は黄～淡褐色の固体で、はちみつ特有のにおいがある。

確認試験 本品1gに~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノール50mlを加え、水浴中で65℃に加温して溶かした後、~~かくはんし~~かき混ぜながら微温湯5mlを加えるとき、白色の浮遊物を生じる。

純度試験

(1) 融点 60～67℃

(2) 酸価 5～24

「カンデリラロウ」の純度試験(2)を準用する。

(3) 過氧化物価 5以下

本品約5gを精密に量り、200ml共栓三角フラスコに入れ、~~酢酸~~/クロロホルム~~酢酸~~混液(3:2~~2:3~~)30mlを加え、栓をして温湯中で加熱し、静かに振り混ぜて透明に溶かす。冷後、~~清浄な~~窒素を通じて器内の空気を十分に置換し、窒素を通じながらヨウ化カリウム試液1mlを正確に量って加える。次に窒素をとめ、直ちに栓をして1分間振り混ぜた後、暗所に5分間放置する。この液に水30mlを加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し(指示薬 デンプン試液)、次式によって過酸化物価を求める。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.01\text{mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量(ml)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 10$$

- (4) けん化価 77~103 (油脂類試験法)
- (5) 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)
- (6) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)
- (7) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)
- (8) 脂質, 石けん, モクロウ及びビロシン

本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→7)35mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜてながら30分間加熱する。冷後、この液をろ過し、塩酸を加えて酸性にすると、沈殿が生じない。

強熱残分 0.10%以下

メタリン酸カリウム

Potassium Metaphosphate

~~[7790-53-6]~~

含量 本品を乾燥したものは、~~五~~酸化リン(V) (P₂O₅=141.94)として53.0~80.0%を含む。

性状 本品は、白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無~白色のガラス状の片若しくは塊である。

確認試験 (1) 本品0.1gに酢酸ナトリウム0.4g及び水10mlを加えて溶かし、酢酸(1→20)又は水酸化ナトリウム溶液(1→20)を加えて弱酸性とし、卵白試液5mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(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, わずかに微濁

本品の粉末1.0gを量り, 水50mlを加え, 水浴中で加熱し, 激しくかき混ぜながら溶かす。この液に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 50mlを徐々に加え, 更にとときどきかき混ぜて, ~~ながら~~10分間水浴中で加熱した後, 35~45℃に冷却し, 検液とする。

(2) 塩化物 Clとして0.11%以下(粉末0.10g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30ml)

(3) 正リン酸塩 本品の粉末1.0gを量り, 硝酸銀溶液(1→50) 2~3滴を加えるとき, 著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩 SO₄として0.096%以下

本品の粉末0.20gを量り, 水30ml及び塩酸(1→4) 2mlを加え, 1分間煮沸して溶かし, 冷後, 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20 μg/g以下

本品1.0gを量り, 水30mlを加えて溶かす。溶けにくい場合は, 硝酸2~3滴を加えて溶かす。この液に酢酸(1→20) 又はアンモニア試液を加えて中和し, 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。

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

乾燥減量 5.0%以下(110℃, 4時間)

定量法 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

メタリン酸ナトリウム

Sodium Metaphosphate

~~[50813-16-6]~~

含量 本品を乾燥したものは, ~~五~~酸化リン(V) (P₂O₅=141.94) として60.0~83.0% を含む。

性状 本品は, 白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無~白色のガラス状の片若しくは塊である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→40) に酢酸(1→20) 又は水酸化ナトリウム溶液(1→20)を加えて弱酸性とし, 卵白試液5mlを加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

(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, わずかに微濁(粉末1.0g, 水20ml)

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

(3) 正リン酸塩 本品の粉末1.0gを量り, 硝酸銀溶液(1→50) 2~3滴を加えるとき, 著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.048%以下

本品の粉末0.40gを量り、水30ml及び塩酸（1→4）2mlを加え、1分間煮沸して溶かし、冷後、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20 μ g/g以下

本品の粉末1.0gを量り、水30mlを加えて溶かし、酢酸（1→20）又はアンモニア試液で中和し、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。

(6) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下（粉末0.50g、第1法、装置B）

乾燥減量 5.0%以下（110℃、4時間）

定量法 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

DL-メチオニン

DL-Methionine

$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$

分子量 149.21

~~DL-2-amino-4-(methylthio)butanoic acid~~

(2RS)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid ~~=[59-51-8]~~

含量 本品を乾燥したものは、DL-メチオニン（ $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$ ）98.5～101.0%を含む。

性状 本品は、白色の薄片状結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 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。~~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25mgに無水硫酸銅飽和硫酸溶液1mlを加えるとき、液は、黄色を呈する。~~

~~(3) 本品の水溶液（1→100）2mlに水酸化ナトリウム溶液（1→25）2mlを加えて振り混ぜ、更にニトロプルシドナトリウム溶液（1→20）0.3mlを加えて再び振り混ぜる。1～2分間放置し、塩酸（1→10）4mlを加えるとき、液は、赤紫色を呈する。~~

~~(24)~~ 本品の水溶液（1→100）は、旋光性がない。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明（0.50g、水20ml）

(2) 液性 pH5.6～6.1（1.0g、水100ml）

(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及び水を加えて溶かし，~~≒~~40mlとし，検液とする。比較液は，0.01mol/L塩酸0.30mlに硝酸（1→10）6 ml及び水を加えて40mlとする。ただし，硝酸銀溶液（1→50）は，10mlを用いる。

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

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

「L-システイン塩酸塩」の純度試験(4)を準用する。

乾燥減量 0.5%以下（105℃，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1ml = ~~14.921~~14.92mg C₅H₁₁NO₂S

L-メチオニン

L-Methionine

C₅H₁₁NO₂S

分子量 149.21

~~(S)-2-amino-4-(methylthio)butanoic acid~~

(2S)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid ~~—[63-68-3]—~~

含量 本品を乾燥したものは，L-メチオニン（C₅H₁₁NO₂S）98.5～101.0%を含む。

性状 本品は，白色の薄片状結晶又は結晶性の粉末で，特異なおいがあり，わずかに苦味がある。

確認試験 ~~「DL-メチオニン」の確認試験(1)，(2)及び(3)を準用する。~~

(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0.025gに無水硫酸銅飽和硫酸溶液1 mlを加えるとき，液は，黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液（1→100）2mlに水酸化ナトリウム溶液（1→25）2mlを加えて振り混ぜ，更にニトロプルシドナトリウム溶液（1→20）0.3mlを加えて再び振り混ぜる。1～2分間放置し，塩酸（1→10）4mlを加えるとき，液は，赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +21.0 \sim +25.0^\circ$ （1.0g，塩酸（1→2），50ml，乾燥物換算）

(2) 溶状 無色，澄明（0.50g，水20ml）

(3) 液性 pH5.6～6.1（1.0g，水100ml）

(4) 塩化物 Clとして0.021%以下

「DL-メチオニン」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-メチオニン」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

「L-システイン塩酸塩」の純度試験(4)を準用する。

乾燥減量 0.5%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。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ml = ~~14.921~~ 14.92 mg $C_5H_{11}NO_2S$

N-メチルアントラニル酸メチル

Methyl N-Methylanthranilate

N-メチルアンスラニル酸メチル

$C_9H_{11}NO_2$

分子量 165.19

~~Methyl 2-(methylamino)benzoate~~ ~~[85-91-6]~~

含量 本品は, N-メチルアントラニル酸メチル ($C_9H_{11}NO_2$) 98.0~101.0%を含む。

性状 本品は, 無~淡黄色の透明な結晶塊又は液体で, ぶどうようのにおいがある。
液体は, 青紫色の蛍光を発する。

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 1 時間加熱するとき, ぶどうようのにおいはなくなる。冷後, 塩酸 (1 → 4) を加えて酸性にすると, 結晶が析出する。この結晶をろ取し, 50 vol% エタノールを用いて再結晶するとき, その融点は, 164~174°C である。

純度試験 (1) 凝固点 11°C 以上

(2) 屈折率 $n_D^{20} = 1.578 \sim 1.581$

(3) 比重 1.129~1.135

(4) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 10 ml)

(5) 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 = 82.60 mg $C_9H_{11}NO_2$

メチルセルロース

Methyl Cellulose

~~Methyl ethers of cellulose~~ ~~[9004-67-5]~~

含量 本品を乾燥したものは, メトキシ基 ($-OCH_3 = 31.03$) 25.0~33.0% を含

む。

性状 本品は、白～類白色の粉末又は繊維状の物質で、においが無い。

確認試験 本品1.0gを約70℃の水100mlに加えてよくかき混ぜた後、振り混ぜながら冷却し、更に均等な糊状となるまで冷所に放置し、検液とする。

(1) 検液約10mlを水浴中で加熱するとき、白濁するか又は白色の沈殿を生じ、これを冷却するとき、この白濁又は沈殿は、溶けて再び均等な糊状の液となる。

(2) 検液約2mlにアントロン試液1mlを静かに管壁に沿って加えて層積するとき、界面は、青～緑色を呈する。

純度試験 (1) 動粘度 粘度の表示がある場合、次の試験を行うとき、 $100\text{mm}^2\text{s}^{-1}$ 以下のものでは表示量の80～120%、 $100\text{mm}^2\text{s}^{-1}$ を超えるものでは表示量の70～140%である。

本品の乾燥物換算して2gに対応する本品の量を正確に量り、85℃の水50mlを加えてかくはん機を用いて10分間かき混ぜる。次に水40mlを加えて40分間かき混ぜながら氷水中で試料を溶かした後、更に水を加えて正確に100mlとし、必要があれば遠心分離して泡を除き、 $20\pm 0.1^\circ\text{C}$ で動粘度を測定する。

(2) 塩化物 Clとして0.57%以下

本品0.50gを量り、ビーカーに入れ、熱湯30mlを加えてよくかき混ぜ、熱時保温漏斗でろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯15mlずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし、A液とする。この液5mlを正確に量り、試料液とする。比較液には 0.01mol/l の塩酸0.40mlを用いる。

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.096%以下

(2)のA液40mlを正確に量り、試料液とする。比較液には 0.005mol/l の硫酸0.40mlを用いる。

(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)

乾燥減量 8.0%以下 (105℃, 1時間)

強熱残分 1.5%以下 (乾燥物換算)

定量法 本品を乾燥し、その約~~25mg~~0.025gを精密に量り、メトキシ~~基~~基定量法により定量する。

メトキシ~~基~~基 ($-\text{OCH}_3$) の含量

$$= \frac{0.01\text{mol/l} \text{チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (ml)} \times 0.05172}{\text{試料の採取量 (mg)} \times 1,000} \times 100 (\%)$$

メチルβ-ナフチルケトン
Methyl β-Naphthyl Ketone

C₁₂H₁₀O

分子量 170.21

~~1-(2-naphthyl)ethanon 1-(Naphthalen-2-yl)ethanone~~ ~~〔93-08-3〕~~

含 量 本品は、メチルβ-ナフチルケトン (C₁₂H₁₀O) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、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。~~(1) 本品のエタノール溶液 (1→100) 1 ml にニトロプルシドナトリウム試液 2 滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 6 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、赤紫色を呈する。これに酢酸 3 滴を加えるとき、液は、青色を呈する。~~

~~(2) 本品 0.1 g に亜鉛末 3 g を加えてよく混和し、振り混ぜながら直火で強く加熱するとき、ナフタリンのにおいを発する。~~

純度試験 (1) 融点 52～54℃

(2) 溶状 澄明

本品 0.10 g を量り、70 vol% エタノール 10 ml を加え、30℃ に加温して溶かし、検液とする。

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

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

(5) ハロゲン化合物 香料試験法による

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 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。

0.5 mol / ~~1 L~~ 塩酸 1 ml = ~~85.11~~ 85.10 mg C₁₂H₁₀O

メチルヘスペリジン

Methyl Hesperidin

溶性ビタミン P

含 量 本品を乾燥したものは、メチルヘスペリジン 97.5～103.0% を含む。

性 状 本品は、黄～だいたい黄色の粉末で、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 ~~10mg~~ 0.01g に硫酸 2 ml を加えるとき、液は、赤色を呈し、更に過酸化水素試液 1～2 滴を加えるとき、濃赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g にエタノール 5 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 ml を加えて 3 分間煮沸し、冷後ろ過するとき、ろ液は、黄～だいたい黄色を呈する。更にろ液に塩酸 1 ml 及びマグネシウム末約 0.010mg を加えて放置するとき、液は、紅色を呈する。

(3) 本品 0.1g に塩酸 (1→4) 10ml を加えて 5 分間煮沸し、冷後ろ過し、ろ液を水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えて中和し、フェーリング試液 2 ml を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0g, 水 10ml)

(2) 硫酸塩 SO₄ として 0.019% 以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40ml)

(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 3.0% 以下 (減圧, 24時間)

強熱残分 0.5% 以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、水を加えて溶かし、~~正確に~~ 正確に 1.00 ml とする。この液 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、波長 300nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{メチルヘスペリジンの含量} = \frac{0.754 \times A \times 0.754}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

dl-メントール

dl-Menthol

dl-ハッカ脳

C₁₀H₂₀O

分子量 156.27

~~(1*SR*,3*SR*,4*RS*)-5-methyl-2-(methylethyl)cyclohexanol~~

(1*RS*,2*SR*,5*RS*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexan-1-ol ~~〔89-78-1〕~~

含量 本品は、*dl*-メントール (C₁₀H₂₀O) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、無色の柱状若しくは針状の結晶又は白色の結晶性の粉末で、はっかようのにおいがある。

確認試験 (1) 本品を等量のカンフル又はチモールとすり混ぜるとき、液状となる。

(2) 本品 1 g に硫酸 20ml を加えて振り混ぜるとき、液は、濁って類黄赤色を呈するが、

24時間後にはメントールのにおいのない透明澄明な油層を分離する。

純度試験 (1) 凝固点 27~28℃

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -2.0 \sim +2.0^\circ$ (2.5g, エタノール, 25ml)

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

(5) チモール 本品0.20gを量り, 酢酸2ml, 硫酸6滴及び硝酸2滴の冷混液に加えるとき, 着色しない。

定量法 本品約1gを精密に量り, 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。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 78.13mg C₁₀H₂₀O

l-メントール

l-Menthol

ハッカ脳

C₁₀H₂₀O

分子量 156.27

~~(1R,3R,4S)-5-methyl-2-(methylethyl)cyclohexanol~~

(1R,2S,5R)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexan-1-ol ~~[(2216-51-5)]~~

含量 本品は, *l*-メントール(C₁₀H₂₀O)98.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色の柱状若しくは針状の結晶又は白色の結晶性の粉末で, はっかようのにおいと清涼感のある味がある。

確認試験 (1) 本品のエタノール溶液(1→10)は, 左旋性である。

(2) 「*d*l-メントール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -45.0 \sim -51.0^\circ$ (2.5g, エタノール 25ml)

(2) 融点 42~44℃

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

(5) チモール 「*d*l-メントール」の純度試験(5)を準用する。

定量法 本品約1gを精密に量り, 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。

0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 78.13mg C₁₀H₂₀O