

## 亜酸化窒素

Nitrous oxide

N<sub>2</sub>O

分子量 44.01

Nitrous oxide ~~〔10024-97-2〕~~

定 義 本品は、亜酸化窒素を成分とする気体であり、カートリッジ式の耐圧金属製密封容器以外の耐圧金属製密封容器に入れたものである。

含 量 本品は、亜酸化窒素 (N<sub>2</sub>O) 97.0vol%以上を含む。

性 状 本品は、無色の気体で、においはない。

確認試験 (1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び亜酸化窒素 1 ml ずつにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間と一致する。

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る。

(1) 塩化物 本品 10±L を、0.1mol/L 硝酸銀溶液 2.5ml に水を加えて 50ml とした液に通し、5 分間放置したときに生じる白濁は、0.1mol/L 硝酸銀溶液 2.5ml に塩化物イオン標準原液 1 ml、希硝酸 0.15ml 及び水を加えて 50ml にした液を 5 分間放置したときに生じる白濁より濃くない。

(2) ヒ化水素及びリン化水素 ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液 5 ml をネスラー管に入れる。酢酸鉛試液で潤した脱脂綿を詰めたガラス管を接続したガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から 2 mm 以内の所に保持し、10 分間で本品 10±L を通した通すとき、ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液の色は変化しない。

(3) 一酸化炭素 本品 5 ml をガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、次の操作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：0.1vol%の一酸化炭素を含む水素又はヘリウム 5 ml を導入したするとき、ピーク高さが約 10cm 以上であること。

カラム充てん剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト

カラム管 内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃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。一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように流量を調整する。~~

流量 一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように流量を調整する。

(4) 一酸化窒素及び二酸化窒素 総量として 2 μl/±L 以下

窒素酸化物測定用検知管を接続した検知管式ガス測定器を用いて、測定する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0ml を、ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行い、空気のピーク面積  $A_T$  を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0ml を量り、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100ml とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0ml につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積  $A_S$  を求める。次式により含量を求める。

$$\text{亜酸化窒素 (N}_2\text{O) の含量 (N}_2\text{O) (vol\%)} = 100 - 3 \times \frac{A_T}{A_S} \text{ (vol\%)}$$

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器

カラム充てん剤 300~500  $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃ 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。窒素のピークが約 2 分後に現れるように流量を調整する。

流量 窒素のピークが約 2 分後に現れるように調整する。

## L-アスコルビン酸 2-グルコシド

L-Ascorbic Acid 2-Glucoside

$C_{12}H_{18}O_{11}$  ~~[1294-99-78-1]~~ 分子量 338.26

(5R)-5-[(1S)-1,2-Dihydroxyethyl]-4-hydroxy-2-oxo-2,5-dihydrofuran-3-yl

$\alpha$ -D-glucopyranoside [129499-78-1]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスコルビン酸 2-グルコシド ( $C_{12}H_{18}O_{11}$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液 (1→50) 5 ml に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。また、本品の水溶液 (1→50) 5 ml に 2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液 1～2 滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。~~

~~(2) 沸騰フェーリング試液 5 ml に本品の水溶液 (5→40) 2～3 滴を加え、約 5 分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。~~

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。

純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +186.0 \sim +188.0^\circ$  (5 g, 水, 100ml, 乾燥物換算)

(2) 融点 158～163℃

(3) 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)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として, 1.0  $\mu$ g/g 以下 (2.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 0.10%以下

定 量 法 本品及び定量用 L-アスコルビン酸 2-グルコシド 0.5g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、内標準溶液 10ml を正確に加えた後、水を加えて正確に 50ml とし、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は 5 w/v% グリセリン溶液とする。

検液及び標準液をそれぞれ 20  $\mu$ l ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、内標準物質検液及び標準液のグリセリンのピーク面積に対する L-アスコルビン酸 2-グルコシドのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。更に乾燥物換算を行い、次式により L-アスコルビン酸 2-グルコシドの含量を求める。

L-アスコルビン酸 2-グルコシド ( $C_{12}H_{18}O_{11}$ ) の含量

$$= \frac{\text{乾燥物換算した定量用 } \underline{L}\text{-アスコルビン酸 2-グルコシドの採取量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}} \times 100 (\%)$$

~~内標準溶液 5 w/v% グリセリン溶液~~

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 ~~スチレン及びジビニルベンゼンの共重合体にスルホン酸基を結合させた~~液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4 ~ 8 mm, 長さ 20 ~ 50 cm のステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 硝酸 (1 → 10,000)

流量 L-アスコルビン酸 2-グルコシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

## アセスルファムカリウム

Acesulfame\_Potassium

アセスルファム K

$C_4H_4KNO_4S$

分子量 201.24

~~Potassium salt of 6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one-2,2-dioxide~~

3-Potassio-6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one 2,2-dioxide ~~=[55589-62-3]~~

含 量 本品を乾燥したものは、アセスルファムカリウム ( $C_4H_4KNO_4S$ ) 99.0~101.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品 ~~10mg~~ 0.010g に水 1,000ml を加えて溶かした液は、波長 225~229nm に極大吸収部がある。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品 0.2g に酢酸 (~~30~~ 100 ~~3~~ →10) 2ml 及び水 2ml を加えて溶かし、コバルチ亜硝酸ナトリウム試液数滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明 (1.0g, 水 5.0 ~~5~~ ml)

(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0g, 水 100ml)

(3) 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)

(4) 鉛 Pb として  $1.0\mu\text{g/g}$  以下 (10.0g, 第 1 法)

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

(6) フッ化物 F として  $3.0\mu\text{g/g}$  以下

本品 2.00g を正確に量り、ビーカーに入れ、水 10ml を加えてしばらくかき混ぜる。その後、塩酸 (1→20) 20ml を徐々に加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製ビーカーに移して直ちに氷冷する。これにエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 (~~2.5~~ 100 ~~1~~ →40) 10ml 及びクエン酸ナトリウム溶液 (~~25~~ 100 ~~1~~ →4) 15ml を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (~~4~~ 10 ~~2~~ →5) で pH を ~~5.4~~ 5.4~5.6 に調整する。~~そのこの液を~~ 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて ~~正確に~~ 100ml とする。この液約 50ml をポリエチレン製ビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及びフッ素イオン電極を接続した電位差計で測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110℃ で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210g を正確に量り、ポリエチレン製ビーカーに入れ、水 200ml を加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて ~~正確に~~ 1,000ml とし、ポリエチレン製容器に ~~入れ~~ 入れ、比較原液とする。使用時に、比較原液 3ml を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて ~~正確に~~ 1,000ml とする。この液 2ml を正確に量り、ポリエチレン

製ビーカーに入れ、~~これに~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液(~~2.5→100.1→~~  
~~40~~)10ml 及びクエン酸ナトリウム溶液(~~25→100.1→4~~)15ml を加えて混合する。塩酸  
(1→10)又は水酸化ナトリウム溶液(4→10)で pH を~~5.4~~~5.6 に調整する。~~そのこの~~  
液を 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて~~正確に~~100ml とする。この液約 50ml  
をポリエチレン製ビーカーにとり比較液とする。

(7) 他の紫外線吸収物質 アセスルファムカリウムとして 20  $\mu$ g/g 以下

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、検液とする。検  
液を水で 50,000 倍に希釈し、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20  $\mu$ l ずつ  
量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液で得られた主ピー  
クの保持時間の 3 倍の時間以内の、主ピーク以外のピークの面積の合計は、比較液  
で得られた主ピーク的面積を超えない。検液を 20  $\mu$ l 量り、次の操作条件で液体ク  
ロマトグラフィーを行う。

~~メインピークの保持時間の 3 倍の時間(3Rt)以内に他のピークが現れるときは、検~~  
~~液を水で 50,000 倍に希釈した液 20  $\mu$ l を量り、再度試験を行う。~~

~~検液で得られた 3Rt 以内にあるメインピーク以外の全てのピーク的面積の合計が、~~  
~~検液を水で 50,000 倍に希釈した液の測定におけるメインピーク的面積を超えないも~~  
~~のとする。~~

#### 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 227nm)

充てん剤 3~5  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル  
カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 ~~アセトニトリル/0.01mol/l 硫酸水素テトラブチルアンモニウム混液~~  
~~(40:60)~~0.01mol/L 硫酸水素テトラブチルアンモニウム/アセトニトリル混液  
(3:2)

流速流量 1 ml/分

カラムは、本品 ~~10mg~~0.010g 及び「パラオキシ安息香酸エチル」~~10mg~~0.010g をそれ  
ぞれ量り、水に溶かして混液とし、更に水を加えて 1,000ml とした液 20  $\mu$ l を量り、  
上記の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、両者のピークが相互に分離  
するものを用いる。

乾燥減量 1.0% 以下(105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15g を精密に量り、酢酸 50ml を加えて溶解溶かし  
~~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 2 滴)を用いる場合の終点は、液の色が濃  
い青色を経て緑色が 30 秒以上持続するときを終点とする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ml = 20.12412mg  $C_4H_4KNO_4S$

アセトアルデヒド

Acetaldehyde

Ethanal

$C_2H_4O$

分子量 44.05

Acetaldehyde[75-07-0]

含 量 本品は、アセトアルデヒド ( $C_2H_4O$ ) 99.0%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。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.330 \sim 1.334$

(2) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、検液は、5℃で少なくとも30分間冷却したマイクロシリンジを用いて注入する。

保存基準 密封容器にほとんど全満し、空気を不活性ガスで置換し、5℃以下で保存する。

アミルアルコール

Amyl ~~alcohol~~ Alcohol

$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

Pentan-1-ol [71-41-0] ~~Pentanol [71-41-0]~~

含 量 本品は、アミルアルコール ( $C_5H_{12}O$ ) 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  $n_D^{20} = 1.407 \sim 1.412$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.810 \sim 0.816$   ~~$(25^\circ C)$~~

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソアミルアルコール

~~Isoamyl\_alcohol~~Alcohol

$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

3-Methylbutan-1-ol [123-51-3]

~~3-Methyl-1-butanol [123-51-3]~~

含 量 本品は、イソアミルアルコール ( $C_5H_{12}O$ ) 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  $n_D^{20} = 1.404 \sim 1.410$

(2) 比重  ~~$d_{25}^{25} = 0.806 \sim 0.813 (25^\circ C)$~~

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

## イソブタノール

Isobutanol

$C_4H_{10}O$

分子量 74.12

2-Methylpropan-1-ol [78-83-1]

~~2-methyl-1-propanol [78-83-1]~~

含 量 本品は、イソブタノール ( $C_4H_{10}O$ ) 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。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.392 \sim 1.398$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.799 \sim 0.801$  (~~25°C~~)

(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (2)により定量する。

## イソプロパノール

Isopropanol

$C_3H_8O$

分子量 60.10

Propan-2-ol [67-63-0]

~~2-propanol [67-63-0]~~

含 量 本品は、イソプロパノール ( $C_3H_8O$ ) 99.7%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。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$

(2) 比重 0.784~0.788

(3) 遊離酸 本品 15.0ml に新たに煮沸し冷却した水 50ml 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、これに 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20ml を加えるとき、液は、赤色に変わる。

水 分 0.20%以下 (10g, 直接滴定)

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (2) により定量する。

2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物  
2-Ethyl-3, (5or6) -dimethylpyrazine

$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.20

Mixture of 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine and 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine [55031-15-7]

~~Mixture of 2-Ethyl-3, 5-dimethylpyrazine and 2-Ethyl-3, 6-dimethylpyrazine  
[55031-15-7]~~

含 量 本品は、2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物 ( $C_8H_{12}N_2$ ) 95.0%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。

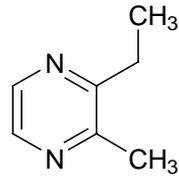
確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.506$

(2) 比重 0.950～0.980

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2-エチル-3-メチルピラジン  
2-Ethyl-3-methylpyrazine



C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>

分子量 122.17

2-Ethyl-3-methylpyrazine [~~15707-23-0~~]

含 量 本品は、2-エチル-3-メチルピラジン (C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～黄色の液体で、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  $n_D^{20} = 1.502 \sim 1.505$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.978 \sim 0.988$  (25°C)

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

## 次亜塩素酸水

### Hypochlorous Acid Water

定 義 本品は、塩酸又は食塩水を電解することにより得られる、次亜塩素酸を主成分とする水溶液である。本品には、強酸性次亜塩素酸水(0.2%以下の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽(隔膜で隔てられた陽極及び陰極により構成されたものをいう。)内で電解して、陽極側から得られる水溶液をいう。)及び微酸性次亜塩素酸水(2～6%塩酸を無隔膜電解槽(隔膜で隔てられていない陽極及び陰極で構成されたものをいう。)内で電解して得られる水溶液をいう。)がある。

含 量 強酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 20～60mg/kg を含む。

微酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～30mg/kg を含む。

性 状 本品は、無色の液体で、においがなく又はわずかに塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 ml に水酸化ナトリウム溶液(1→2,500) 1 ml 及びヨウ化カリウム試液 0.2ml を加えるとき、液は、黄色を呈する。更にデンプン試液 0.5ml を加えるとき、液は、濃青色を呈する。

(2) 本品 5 ml に過マンガン酸カリウム溶液(1→300)0.1ml を加え、これに硫酸(1→20) 1 ml を加えるとき、液の赤紫色は退色しない。

(3) 本品 90ml に水酸化ナトリウム溶液(1→5)10ml を加えた液は、波長 290～294nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1)液性 強酸性次亜塩素酸水 pH2.7 以下

微酸性次亜塩素酸水 pH5.0～6.5

(2) 蒸発残留物 0.25% 以下

本品 20.0g を量り、蒸発した後、110℃で2時間乾燥し、その残留物の重量を量る。

定 量 法 (1) 強酸性次亜塩素酸水 本品約 200g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 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 0.01mol/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。

0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 0.3545 mg Cl

(2) 微酸性次亜塩素酸水 本品約 200g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 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 0.005mol/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。

0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 0.1773 mg Cl

## スクラロース

Sucralose

トリクロロガラクトスクロース

$C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

分子量 397.64

1,6-D-ichloro-1,6-dideoxy- $\beta$ -D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy- $\alpha$ -D-galactopyranoside

~~〔56038-13-2〕~~

含 量 本品を無水物換算したものは、スクラロース( $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$ ) 98.0~102.0% を含む。

性 状 本品は、白~淡灰白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。~~本品は水、メタノール及びエタノールに溶けやすく、酢酸エチルに溶けにくい。~~

確認試験 ~~(1)~~ 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。

~~(2) 本品 1.0g にメタノール 10ml を加えて溶かし、検液とする。検液 5  $\mu$ l につき、塩化ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  20)・アセトニトリル混液 (7 : 3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、Rf 値 0.4~0.6 付近にスポットを認める。ただし、薄層板は、担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを使用する。展開溶媒の先端が 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、溶媒を除き、15% 硫酸・メタノール試液を噴霧した後、125°C で 10 分間加熱して呈色させる。~~

純度試験 ~~(1) 溶状 澄明 (1.0g, 水 10ml)~~

~~(2)~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$  (1.0g, 水, 10ml, 無水物換算)

~~(3) 液性 pH3.0~6.0 (2.0g, 水 20ml)~~

~~(4) 重金属 Pb として 10  $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 1.0ml)~~

~~(2)~~ 鉛 Pb として  $\pm 1.0 \mu$ g/g 以下 (10.0g, 第 1 法)

~~(5)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0  $\mu$ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 装置 B-C)

~~(6)~~ 他の塩化二糖類 0.5% 以下

本品 1.0g にメタノール 10ml を加えて溶かし、検液とする。検液 0.5ml を量り、メタノールを加えて 100ml とし、対照液とする。検液及び対照液 5  $\mu$ l につき、塩化ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  20) / アセトニトリル混液 (7 : 3) を展開溶媒として確認試験 (2) と同様に、薄層クロマトグラフィーを行うとき、展開溶媒の先端が約 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、溶媒を除き、15% 硫酸・メタノール試液を噴霧した後、125°C で 10 分間加熱するとき、検液は、対照液と同位置以外にスポットを認めないか又は他のスポットを認める場合であっても、対照液のスポットよりも濃くない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用

オクタデシルシリル化シリカゲルを 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

(75) 塩化単糖類 果糖として 0.16% 以下

本品 2.5g を量り、メタノールを加えて正確に 10ml とし、検液とする。別に D-マンニトール 10.0g を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、対照液(A)とする。また、D-マンニトール 10.0g 及び果糖 ~~40mg~~0.040g を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、対照液(B)とする。検液、対照液(A)及び対照液(B)を、厚さ 0.25mm のシリカゲル薄層板に、それぞれ 1 μl ずつ付け、~~風乾した後、~~する。この操作を更に 4 回繰り返す。この薄層板に p-アニシジン・フタル酸試液を噴霧後、98~102℃で約 10 分間加熱して呈色させるとき、検液のスポットは、対照液(B)のスポットよりも濃くない。なお、試験に供した対照液(A)に、スポットが現れた場合は、再度薄層板を作成し、同様の操作を繰り返す。

(86) トリフェニルホスフィンオキシド ~~150 μg/g~~0.015% 以下

本品約 ~~100mg~~0.1g を精密に量り、アセトニトリル~~と~~水混液 (67 : 33) に溶かして正確に 10ml とし、検液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド ~~100mg~~0.100g を正確に量り、アセトニトリル~~と~~水混液 (67 : 33) に溶かして正確に 10ml とする。この液 1 ml を正確に量り、アセトニトリル~~と~~水混液 (67 : 33) を加えて正確に 100ml とする。更に~~この液 1 ml を正確に量り、アセトニトリルと水~~混液 (67 : 33) 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 25 μl ずつ~~つき量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、~~う。~~それぞれの液についで~~検液及び標準液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積~~を~~A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を求め、次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP)} \text{ の含量 (ug/g)} \\ & = \frac{(A_T)}{(A_S)} \times \frac{(10,000)}{(\text{試料の採取量 (mg)})} \\ & \text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP)} \text{ の量} \\ & = \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times \frac{A_T}{A_S} (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計紫外外部吸収検出器 (測定波長 220nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリルと水混液 (67 : 33)

流速 1.5ml/分

(7) メタノール 0.10% 以下

本品約 2.0g を精密に量り，水を加えて正確に 10ml とし，混和し，検液とする。  
別にメタノール ~~2 ml~~ 2.0g を正確に量り，水を加えて正確に 100ml とし，混和する。  
この液 1 ml を正確に量り，水を加えて正確に 100ml とし，混和し，比較液とする。  
検液及び比較液を 1 μl 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  
~~とき，それぞれの液~~ 検液及び標準液 のメタノールのピーク面積，~~S<sub>T</sub>~~ A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を  
求め，次式により 含量メタノールの量 を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メタノール含量 (\%)} \\ & = \left( S_{\text{A}} \times C_{\text{S}} \times \text{試料の容量 (ml)} \right) / \left( A_{\text{S}} \times \text{試料の採取量 (g)} \right) \\ & \text{メタノールの量} = \frac{2.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times \frac{A_{\text{T}}}{A_{\text{S}}} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

~~ただし，C<sub>S</sub> は比較液中のメタノール濃度 (%)~~

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 150～180 μm 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ポラスポリマービーズ

カラム管 内径 2～4 mm，長さ約 2 m のガラス管

カラム温度 140～160℃ の一定温度

カラム入口温度 200℃

~~検出器温度 250℃~~

~~キャリアーガス及び流量 窒素又はヘリウムを用いる。メタノールのピークが約 4 分後に現れるようにキャリアーガスの流量又はカラム温度を調節する。~~

流量 メタノールのピークが約 4 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.7% 以下

水分 2.0% 以下 (1 g，直接滴定)

定量法 本品約 1 g 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 10ml を正確に量り，水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10ml を加え，還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸する。冷後，希硝酸で中和し，指示電極に銀電極，参照電極に銀-塩化銀電極を用い，0.1mol/L 硝酸銀 溶液で滴定する。別に空試験を行い補正し，更に無水物換算を行う。

0.1mol/L 硝酸銀 溶液 1 ml = 13. ~~255~~ 25 mg C<sub>12</sub> H<sub>19</sub> Cl<sub>3</sub> O<sub>8</sub>

## ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

定 義 本品は、主としてステアリン酸及びパルミチン酸のカルシウム塩である。  
含 量 本品を乾燥物換算したものは、カルシウム (Ca=40.08) 6.4~7.1%を含む。  
性 状 本品は、白色の軽くてかさ高い粉末で、においはないか、又はわずかに特異  
なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 3.0g に塩酸 (1 → 2) 20ml 及び エーテル ジエチルエーテル 30ml を  
加え、3分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層はカルシウム塩の反応  
(1)を呈する。

(2) (1)の エーテル ジエチルエーテル層を分取し、希塩酸 20ml, 10ml, 次に水 20ml を  
用いて順次洗った後、水浴上で エーテル ジエチルエーテルを留去するとき、残留物  
の融点は 54℃ 以上である。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下

本品 1.0g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷  
後、塩酸 2 ml を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20ml 及び希酢酸 2 ml を加  
え、2分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、  
更に水を加えて 50ml とする。~~これをし、検液とし、試験を行う。~~比較液は塩酸  
2 ml を水浴上で蒸発乾固し、~~これに~~希酢酸 2 ml, 鉛標準液 1.0ml 及び水を加えて 50ml  
とする。

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 μg/g 以下

本品 ~~1.0~~0.50g に塩酸 (1 → 2) 5 ml 及びクロロホルム 20ml を加え、3分間激し  
く振り混ぜた後、放置して水層を分取し、~~これを~~検液とする。装置 B を用いる。

(3) 遊離脂肪酸 ステアリン酸として 3.0% 以下

本品約 2 g を精密に量り、100ml の三角フラスコに入れ、アセトン 50ml を加え、  
冷却管を付けて水浴中で 10 分間加熱し、冷却する。定量分析用ろ紙 (5 種 C) を二  
重に重ねたもので、~~て~~その内容物をろ過し、フラスコ、残留物及びろ紙をアセトン  
50ml で洗い、洗液をろ液に合わせる。フェノールフタレイン試液 2~3 滴と水 5 ml  
を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。アセトン 100ml と水 5 ml の  
混液を用いて空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 28.45mg C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>

~~(4)~~乾燥減量 4.0% 以下 (105℃, 3 時間)

定 量 法 本品約 0.5g を精密に量り、るつばに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、  
電気炉に入れ、700℃ で 3 時間加熱して完全に灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10ml  
を加え、水浴上で 10 分間加温した後、温湯 10ml, 10ml 及び 5 ml を用いてフラスコ  
に移し入れ、~~次に~~液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、

更に 0.05mol/L EDTA 溶液 25ml, アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 10ml, エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルイエロー試液 5 滴を加えた後, 直ちに過量の EDTA を 0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液で滴定する。ただし, 滴定の終点は液の緑色が消え, 赤色を呈するときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05mol/L EDTA 溶液 1 ml = 2.00439mg Ca

## ステアリン酸マグネシウム

### Magnesium Stearate

定 義 本品は、主としてステアリン酸及びパルミチン酸のマグネシウム塩である。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、マグネシウム (Mg=24.31) 4.0~5.0%を含む。

性 状 本品は、白色の軽くてかさ高い粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。本品は、~~水及びエタノールにほとんど溶けない。~~

確認試験 (1) 本品 5.0g を丸底フラスコにとり、過酸化物を含まないジエチルエーテル 50ml、希硝酸 20ml 及び水 20ml を加え、還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液漏斗に移し、振り混ぜた後、放置して水層を分取する。ジエチルエーテル層は水 4 ml で 2 回抽出し、抽出液を先の水層に合わせる。この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15ml で洗った後、水を加えて正確に 50ml とした後、振り混ぜて検液とする。この液はマグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 純度試験 (5) において、検液及び標準液につき、ガスクロマトグラフィーを行うとき、~~検液は、ステアリン酸及びパルミチン酸につき、それぞれステアリン酸・パルミチン酸含量比試験の検液と同様の操作を行い、標準液とする。ステアリン酸・パルミチン酸含量比試験における検液及び標準液につきステアリン酸・パルミチン酸含量比試験のガスクロマトグラフィー操作条件で試験を行うとき、検液及び標準液のステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルのピークの保持時間にピークを認める。は等しい。~~

純度試験 (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0g に新たに煮沸して冷却した水 20ml を加え、振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し、冷後、ろ過する。このろ液 10ml にブロモチモールブルー試液 0.05ml を加える。この液に 0.1mol/L 塩酸又は 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 0.05ml を正確に加えるとき、液の色は変わる。

(2) 塩化物 Cl として 0.10% 以下

確認試験 (1) で得た検液 10.0ml につき試験を行う。比較液には 0.02mol/L 塩酸 1.40ml を用いる。

(3) 硫酸塩  $SO_4$  として 1.0% 以下

確認試験 (1) で得た検液 10.0ml につき試験を行う。比較液には 0.01mol/L 硫酸 10.2ml を用いる。

(4) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g/g 以下

本品 1.0g をとり、初めは弱く加熱し、次に約 500 $\pm$ 25 $^{\circ}$ C で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 ml を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20ml 及び希酢酸 2 ml を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、

更に水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は塩酸 2 ml を水浴上で蒸発し、希酢酸 2 ml、鉛標準液 2.0ml 及び水を加えて 50ml とする。

(5) ステアリン酸・パルミチン酸含量比

本品約 0.10g を精密に量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0ml を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘプタン 4.0ml を加え、約 10 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム溶液 20ml を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層を、あらかじめヘプタンで洗った約 0.1g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1.0ml を 10ml のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて 10ml とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸及びパルミチン酸それぞれ 0.050g を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0ml を加えて振り混ぜ、以下、検液と同様に操作し、それぞれ、ステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1  $\mu$  l につきずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積  $A_{\text{A}}$ 、パルミチン酸メチルのピーク面積  $A_{\text{B}}$  及び得られた全ての脂肪酸エステルピークのピーク面積  $A_{\text{T}}$  (検出した全てのピーク面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率 (%) 及びステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率 (%) を求める。

$$\text{ステアリン酸の比率} = \frac{A_{\text{A}}}{A_{\text{T}}} \times 100 (\%)$$

$$\text{ステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率} = \frac{A_{\text{A}} + A_{\text{B}}}{A_{\text{T}}} \times 100 (\%)$$

同様に、本品中に含まれるパルミチン酸の比率 (%) を計算する。ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は、得られた全ての脂肪酸エステルピークの合計面積の、それぞれ 40% 以上及び 90% 以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後ろからステアリン酸メチルの保持時間の約 1.5 倍までとする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径約 0.32mm、長さ約 30m の石英製カラムの内面にケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15,000-ジエポキシドを 0.5  $\mu$  m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 70 $^{\circ}$ C で約 2 分間保持し、その後毎分 5  $^{\circ}$ C で昇温し、240 $^{\circ}$ C に到達後、

5分間保持する。

注入口温度 220℃付近の一定温度

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ステアリン酸メチルの保持時間ピークが約32分後になるように流量を調整する。

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

定量法 本品約0.5gを精密に量り, 無水エタノール/1-ブタノール混液(1:1) 50ml, アンモニア水5ml及び塩化アンモニウム緩衝液(pH10) 3mlを加える。この液に0.1mol/L EDTA溶液30.0mlを正確に量って加え, 振り混ぜる。この液が澄明となるまで45~50℃で加熱し, 冷後, 0.1mol/L 硫酸亜鉛液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液1~2滴)。終点は, 液の青色が赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L EDTA溶液 1ml = 2.431mg Mg

## 2, 3, 5, 6-テトラメチルピラジン

2, 3, 5, 6-Tetramethylpyrazine

$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.20

2,3,5,6-Tetramethylpyrazine [1124-11-4]

~~Tetramethyl-1,4-diazine [1124-11-4]~~

含 量 本品は、2,3,5,6-テトラメチルピラジン ( $C_8H_{12}N_2$ ) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は粉末で、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 融点 85~90°C

定 量 法 本品約 0.20g を精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に 20ml とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (1) により定量する。

2, 3, 5-トリメチルピラジン

2, 3, 5-Trimethylpyrazine

$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2,3,5-Trimethylpyrazine [14667-55-1]

~~2, 3, 5-Trimethyl-1, 4-diazine [14667-55-1]~~

含 量 本品は、2, 3, 5-トリメチルピラジン ( $C_7H_{10}N_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～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  $n_D^{20} = 1.500 \sim 1.509$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.960 \sim 0.990$  ~~(25°C)~~

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

ナタマイシン

Natamycin

ピマリシン

C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub>

分子量 665.73

(1*R*\*,3*S*\*,5*R*\*,7*R*\*,8*E*,12*R*\*,14*E*,16*E*,18*E*,20*E*,22*R*\*,24*S*\*,25*R*\*,26*S*\*)-22-(3-Amino-3,6-dideoxy-β

-D-mannopyranosyloxy)-1,3,26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-6,11,28-trioxatricyclo[22.3.1.0<sup>5,7</sup>octacos-8,14,16,18,20-pentaene-25-carboxylic acid [7681-93-8]

含 量 本品を無水物換算したものは、ナタマイシン (C<sub>33</sub>H<sub>47</sub>NO<sub>13</sub>) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1mg に塩酸 1ml を加えて振り混ぜるとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品 5mg を酢酸のメタノール溶液 (1→1,000) ~~に溶かし、1,000ml に溶かした液は、とす~~  
~~る。この液につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長~~  
290,303,318nm 付近に極大吸収部がある。

(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、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) 比旋光度  $[\alpha]_{20D} = +250.43 \sim +295^\circ$  (1g, 酢酸, 100ml, 無水物換算)

(2) 液性 pH5.0～7.5 (1%懸濁液)

(3) 鉛 Pb として 2.0 μg/g 以下 (5.0g, 第1法)

水 分 6.0～9.0% (0.03g, 電量滴定)

強熱残分 0.5%以下

定 量 法 本品及びナタマイシン標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 0.020mg ずつを精密に量り、それぞれに 5ml のテトラヒドロフランを加え、10 分間超音波を照射し、メタノール 60ml を加えて溶かし、さらに水 25ml を加えて室温まで放冷する。それぞれに水を加えて正確に 100ml 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  $\mu$ l ずつ量り、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。~~検液及び標準液~~のナタマイシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、~~求める。~~さらに無水物換算を行い、次式によりナタマイシンの含量を求める。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。

$$\text{ナタマイシン (C}_{33}\text{H}_{47}\text{NO}_{13}) \text{ の含量} = \frac{\text{無水物換算したナタマイシン標準品の採取量 (mg)} \quad A_T}{\text{無水物換算した試料の採取量 (mg)} \quad A_S} \times \frac{\quad}{\quad} \times 100 \quad (\%)$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 303nm)

~~カラム充てん剤 5~10  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

~~カラム充てん剤 5~10  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~

カラム温度 室温

移動相 ~~3.0g の酢酸アンモニウム 3.0g 及び 1.0g の塩化アンモニウム 1.0g を 760ml の水~~  
760ml に溶かし、~~5.0ml のテトラヒドロフラン 5.0ml 及び 240ml のアセトニトリル~~  
240ml を加える。

流量 2 ml/分

保存基準 遮光した容器に入れ、冷所に保存する。

試薬・試液 ナタマイシン標準品

## ビオチン

Biotin

$C_{10}H_{16}N_2O_3S$

分子量 244.31

~~5-[(3a*S*,4*S*,6a*R*)-2-Oxohexahydro-1*H*-thieno[3,4-*d*]imidazol-4-yl]pentanoic acid [58-85-5]~~  
~~5-[(3a*S*,4*S*,6a*R*)-hexahydro-2-oxothieno[3,4-*d*]imidazol-4-yl]~~  
~~pentanoic acid [58-85-5]~~

含 量 本品を乾燥したものは、ビオチン ( $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ ) 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、におい及び味はない。

確認試験 (1) 本品のエタノール溶液 (1→10,000) 5 ml に *p*-ジメチルアミノシナナムアルデヒド試液 1 ml 及び硫酸 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、だいたい～赤色を呈する。

(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するとき、 $3,315\text{cm}^{-1}$ 、 $1,708\text{cm}^{-1}$ 、 $1,687\text{cm}^{-1}$ 、 $1,481\text{cm}^{-1}$ 、 $1,320\text{cm}^{-1}$ 及び $1,274\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +89 \sim +93^\circ$  (0.4g, 希水酸化ナトリウム試液, 20ml, 乾燥物換算)

(2) 溶状 無色，澄明 (1.0g, 0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液 10ml)

(3) 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)

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $2.8\mu\text{g/g}$  以下

本品 0.70g をケルダールフラスコに入れ、硝酸 5 ml 及び硫酸 2 ml を加えて、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで加熱する。冷後、硝酸 2 ml ずつを 2 回加えて加熱し、更に過酸化水素 2 ml ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 2 ml を加え、再び白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、水を加えて 5 ml とし、これを検液とする。装置 B を用いる。

(5) 類縁物質

本品 0.10g を量り、アンモニア水 (7→100) を加えて溶かし、正確に 10ml とし、検液とする。検液 1 ml を正確に量り、アンモニア水 (7→100) を加えて正確に 500ml とし、標準液とする。検液及び標準液  $5\mu\text{l}$  につき、~~1~~-ブタノール/水/酢酸混液 (5 : 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、更に 105°C で 30 分間乾燥した後、*p*-ジメチルアミノシナナムアルデヒド・エタノール溶液 (1→500) / 硫酸・エタノール溶液 (1→50) 混液 (1 : 1) を均等に噴霧するとき、一つの赤色のスポットを認めるか、又は他のスポットを認めても標準液から得たスポットより濃くない。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、更に105℃で30分間乾燥した後、p-ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール溶液(1→500)及び硫酸のエタノール溶液(1→50)の混液(1:1)を均等に噴霧する。~~

乾燥減量 0.50%以下(105℃, 4時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを正確に加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを0.1mol/L塩酸で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。空試験を行い補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1ml=24.43mg  $C_{10}H_{16}N_2O_3S$

## ヒドロキシプロピルセルロース

### Hydroxypropyl Cellulose

~~Cellulose hydroxypropyl ether~~

2-Hydroxypropyl ether of cellulose [9004-64-2]

定 義 本品は、セルロースのヒドロキシプロピルエーテルである。

含 量 本品を乾燥させたものは、ヒドロキシプロポキシ ~~基~~ (-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH ~~≡~~ 75.09)80.5%以下を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末又は粒で、~~ほとんど~~においが無い。本品は、~~エタノールに溶けるが、エーテルには溶けない。~~本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘~~ち~~稠な液体となる。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) を激しく振り混ぜるとき、持続する泡を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 5 ml に硫酸銅溶液 (1→20) 5 ml を加えるとき、沈殿を生じない。

純度試験 (1) 液性 pH5.0～8.0 (1.0 g, 水 100ml)

(2) プロピレンクロ~~ロ~~ヒドリン 1.0 μg/g 以下

本品 1.0 g を量り、ジエチルエーテル 5 ml を正確に加えて栓をし、10 分間超音波抽出する。この液を遠心分離し、上澄液を~~試料溶液~~検液とする。別にプロピレンクロ~~ロ~~ヒドリン 0.030 mg を量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 100ml とする。この液 1 ml を正確に量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 50ml とする。さらに、この液 1 ml を正確に量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 20ml とし、~~標準溶液~~とする。

~~試料溶液~~検液及び~~標準溶液~~をそれぞれ 1 μl ~~づつ~~量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、プロピレンクロ~~ロ~~ヒドリンのピーク面積を測定する。~~試料溶液~~検液のピーク面積は~~標準溶液~~のピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 230℃

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ポリエチレングリコールを 0.25 μm の厚さで~~コーティング~~被覆したもの。

カラム温度 40℃で 2 分間保持し、毎分 5℃で昇温し、80℃に到達後、8 分間保持する。その後、毎分 25℃で昇温し、230℃に到達後、5 分間保持する。

注入口温度 150℃

注入方式 スプリットレス

キャリアガス及び流量 ~~窒素を用いる。~~

流量 プロピレンクロロヒドリンのピークが約 15 分後に現れるように ~~流量を調~~  
整する。

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

乾燥減量 5.0% 以下 (105°C, 4 時間)

強熱残分 0.50% 以下

定量法 (1) 装置 分解瓶: 5 ml のガラス製耐圧ねじ口瓶で, 底部の内側が円すい状となっており, 外径 20mm, 首部までの高さが 50mm, 高さ約 30mm までの容積が 2 ml で, 栓は耐熱性樹脂製, 内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。加熱時に内容物が漏れないことをあらかじめ確認する。

加熱器: 厚さ 60~80mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm, 深さ 32mm の穴をあけたもので, ブロック内部の温度を  $\pm 1^\circ\text{C}$  の範囲で調節できる構造を有するもの。

(2) 操作法 本品を乾燥し, その約 0.065 g を精密に量り, 分解瓶に入れ, アジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0ml 及びヨウ化水素酸 2.0ml を加え, 密栓し, その重量質量を精密に量る。ただし, 内標準溶液はオクタン・*o*-キシレン溶液 (1→25) とする。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後, 加熱器を用い 150°C で 5 分ごとに振り混ぜながら 30 分間加熱し, 更に 30 分間加熱を続ける。冷後, その重量質量を精密に量り, 減量が ~~0.010mg~~ 以下のものの 0.010g 以下であることを確認し, 上層を試料溶液検液とする。別にアジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0ml 及びヨウ化水素酸 2.0ml を分解瓶にとり, 密栓し, その重量質量を精密に量り, 定量用ヨウ化イソプロピル 50  $\mu\text{l}$  を加え, その重量質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後, 上層を標準溶液とする。~~試料溶液検液及び標準溶液を 1  $\mu\text{l}$  につきずつ量り,~~ 次の操作条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液検液の内標準物質オクタンのピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_T$  及び標準溶液の内標準物質オクタンのピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_S$  を求め, 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg) を  $W_S$  とし, 次式によりヒドロキシプロポキシ基の含量を求める。

~~ヒドロキシプロポキシ基 (-OC<sub>3</sub>H<sub>6</sub>OH) の含量 (%) = (W<sub>S</sub>) / (試料の量 (mg)) × (Q<sub>T</sub>) / ((Q<sub>S</sub>) × 44.17~~

$$= \frac{W_S}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.04417 (\%)$$

ただし,  $W_S$ : 標準液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

~~内標準溶液 n-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→25)~~

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 20% のメチルシリコーンポリマー

担体 180~250  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 100°C 付近の一定温度

~~キャリヤーガス及び流量 ヘリウムを用いる。内標準物質のピークが約 10 分後に  
現れるように流量を調整する。~~

流量 オクタンのピークが約 10 分後に現れるように調整する。

カラムの選定 標準溶液 1  $\mu\text{l}$  につき, 上記の操作条件で操作するとき, ヨウ化イソプロピル, 内標準物質溶液オクタン の順に流出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

## ヒドロキシプロピルメチルセルロース

### Hydroxypropyl Methylcellulose

A mixed methyl and 2-hydroxypropyl ether of cellulose [9004-65-3]

~~Cellulose, 2-hydroxypropyl methylether[9004-65-3]~~

定 義 本品は、セルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである。

含 量 本品を乾燥したものは、メトキシ基 ( $-OCH_3$ ) 31.03 19.0~30.0%及びヒドロキシプロポキシ基 ( $-OC_3H_6OH$ ) 75.09 3.0~12.0%を含む。

性 状 本品は、白色〜帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか又はわずかに特異なにおいがある。~~本品は、無水エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。~~本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘りや粘稠な液体となる。

確認試験 (1) 本品 1 g に熱湯 100ml を加え、かき混ぜながら室温に冷却した液を、試料溶液とする。試料溶液 5 ml にアントロン試液を穏やかに加えるとき、境界面は青色〜青緑色を呈する。

(2) (1)で得た試料溶液 0.1ml に薄めた硫酸 (9→10) 9 ml を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水中で冷却し、ニンヒドリン溶液 (1→50) 0.6ml を注意して加え、振り混ぜて 25℃で放置するとき、液は初め紅色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。

(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,465\text{cm}^{-1}$ 、 $2,900\text{cm}^{-1}$ 、 $1,375\text{cm}^{-1}$  及び  $1,125\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 液性 pH5.0~8.0 (1.0g, 熱湯 100ml)

(2) 塩化物 Cl として 0.28% 以下

本品 1.0g に熱湯 30ml を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過し、~~する。~~残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100ml とする。この液 5 ml に希硝酸 6 ml 及び水を加えて 50ml とする。~~これをし、検液とし、試験を行う。~~比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.40ml を用いる。

(3) 重金属 Pb として、~~10~~  $10\mu\text{g/g}$  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、~~2.0~~  $2.0\mu\text{g/g}$  以下 (1.0g, 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 (1) 装置 分解瓶: 5 ml のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20mm, 首部までの高さが 50mm, 高さ約 30mm までの容積が 2 ml で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。加熱時に内容物が漏れないことをあらかじめ確認する。

加熱器：厚さ 60～80mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm，深さ 32mm の穴をあけたもので，ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を有するもの。

(2) 操作法 本品を乾燥し，その約 0.065g を精密に量り，分解瓶に入れ，アジピン酸 0.065g，内標準溶液 2.0ml 及びヨウ化水素酸 2.0ml を加え，密栓し，その重量質量を精密に量る。ただし，内標準溶液はオクタン・*o*-キシレン溶液（1→25）とする。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，加熱器を用い 150℃で 5 分ごとに振り混ぜながら 30 分間加熱し，更に 30 分間加熱を続ける。冷後，その重量質量を精密に量り，減量が 10mg 以下のものの 0.010g 以下であることを確認し，上層を試料溶液検液とする。別にアジピン酸 0.065g，内標準溶液 2.0ml 及びヨウ化水素酸 2.0ml を分解瓶にとり，密栓し，その重量質量を精密に量り，定量用ヨウ化イソプロピル 15μl を加え，その重量質量を精密に量り，同様にして定量用ヨウ化メチル 45μl を加え，その重量質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後，上層を標準溶液とする。試料溶液検液及び標準溶液を 2μl につきずつ量り，次の操作条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液検液の内標準物質オクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_{Ta}/Q_{Tb}$  及び  $Q_{Ta}/Q_{Tb}$  並びに標準溶液の内標準物質オクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_{Sa}/Q_{Sb}$  及び  $Q_{Sa}/Q_{Sb}$  を求める。以下の式によりメトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基の含量を求める。

~~メトキシ基 (-CH<sub>3</sub>O) の量 (%)~~

~~$$= (Q_{Ta}) / (Q_{Tb}) \times (W_{Sa}) / (W_{Sb}) / (試料の量 (mg)) \times 21.864$$~~

$$\text{メトキシ基 (-CH}_3\text{O) の含量} = \frac{W_{Sa}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sb}} \times 0.02186 (\%)$$

~~ヒドロキシプロポキシ基 (-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>) の量 (%)~~

~~$$= (Q_{Tb}) / (Q_{Ta}) \times (W_{Sb}) / (W_{Sa}) / (試料の量 (mg)) \times 44.17$$~~

~~ヒドロキシプロポキシ基 (-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>) の含量~~

$$= \frac{W_{Sb}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sa}} \times 0.04417 (\%)$$

ただし，W<sub>sa</sub>：標準溶液中のヨウ化メチルの量 (mg)

W<sub>sb</sub>：標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

~~内標準溶液 n-オクタンの *o*-キシレン溶液 (1→25)~~

## 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 20% のメチルシリコーンポリマー

担体 180~250  $\mu$  m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 100℃ 付近の一定温度

キャリアーガス ~~及び流量~~ ヘリウムを用いる。~~内標準物質液のピークが約 10 分後に現れるように流量を調整する。~~

流量 内標準物質液オクタンのピークが約 10 分後に現れるように流量を調整する。

カラムの選定 標準溶液 2  $\mu$  l につき, 上記の操作条件で操作するとき, ヨウ化メチル, ヨウ化イソプロピル, 内標準物質溶液オクタンの順に流出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

フェロシアン化カリウム  
Potassium Ferrocyanide  
ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム

$K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$

分子量 422.39

Potassium hexacyanoferrate(II) trihydrate [13943-58-3, 3水和物]

~~potassium ferrocyanide [13943-58-3]~~

含 量 本品は、フェロシアン化カリウム  $(K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O)$  99.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)10mlに塩化第二鉄塩化鉄(III)試液溶液(9→100)1mlを加えるとき、濃青色の沈殿を生ずる。

(2)本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) シアン 硫酸銅 ~~10mg~~0.010gに水8ml及びアンモニア試液2mlを加え溶解するて溶かす。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。~~そこにこのろ紙片に~~、本品の水溶液(1→100)1滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。

(2) フェリシアン化塩 本品 ~~10mg~~0.010gを水10mlに溶解する。この溶液1滴に硝酸鉛溶液(1→100)1滴を滴下する。さらに、ベンジジン飽和した2mol/l酢酸数滴を滴下するとき、青色を呈しない。

定 量 法 本品約 ~~1.0~~1gを精密に量り、水200mlを加えて溶解する溶かす。この溶液に硫酸10mlを加え、0.02mol/l過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅色が30秒間持続するときとする。

0.02mol/l過マンガン酸カリウム溶液1ml=42.24mg  $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$

フェロシアン化カルシウム  
Calcium Ferrocyanide  
ヘキサシアノ鉄(II)酸カルシウム

$Ca_2[Fe(CN)_6] \cdot 12H_2O$

分子量 508.29

Calcium hexacyanoferrate(II) dodecahydrate [158369-16-5, 水和物; 13821-08-4, 無水物]

~~calcium ferrocyanide [1327-39-5]~~

含 量 本品は、フェロシアン化カルシウム  $(Ca_2[Fe(CN)_6] \cdot 12H_2O)$  99.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 「フェロシアン化カリウム」の確認試験 (1) を準用する。本品の水溶液 (1→100) 10ml に塩化第二鉄溶液 (9→100) 1ml を加えるとき、濃青色の沈殿を生ずる。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 「フェロシアン化カリウム」の純度試験を準用する。

~~(1) シアン 硫酸銅 10mg に水 8 ml 及びアンモニア試液 2 ml を加え溶解する。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。そこに、本品の水溶液 (1→100) 1 滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。~~

~~(2) フェリシアン化塩 本品 10mg を水 10ml に溶解する。この溶液 1 滴に硝酸鉛溶液 (1→100) 1 滴を滴下する。さらに、ベンジジン を飽和した 2mol/l 酢酸数滴を滴下するとき、青色を呈しない。~~

定量法 本品約 ~~1.0~~ 1 g を精密に量り、水 200ml を加えて溶解する。~~溶かす~~。この溶液に硫酸 10ml を加え、0.02mol/l ~~過~~ マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅色が 30 秒間持続するときとする。

0.02mol/l ~~1mol/L~~ 過マンガン酸カリウム溶液 1 ml = 50.83mg  $\text{Ca}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

## フェロシアン化ナトリウム

Sodium Ferrocyanide

ヘキサシアノ鉄(II)酸ナトリウム

$\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

分子量 484.06

Sodium hexacyanoferrate(II) decahydrate [13601-19-9, 10 水和物]

~~sodium ferrocyanide [13601-19-9]~~

含量 本品は、フェロシアン化ナトリウム  $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  99.0%以上を含む。

性状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 「フェロシアン化カリウム」の確認試験 (1) を準用する。本品の水溶液 (1→100) 10ml に塩化第二鉄溶液 (9→100) 1ml を加えるとき、濃青色の沈殿を生ずる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 「フェロシアン化カリウム」の純度試験を準用する。

~~(1) シアン 硫酸銅 10mg に水 8ml 及びアンモニア試液 2ml を加え溶解する。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。そこに、本品の水溶液 (1→100) 1 滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。~~

~~(2) フェリシアン化塩 本品 10mg を水 10ml に溶解する。この溶液 1 滴に硝酸鉛溶液 (1→100) 1 滴を滴下する。さらに、ベンジジン を飽和した 2mol/l 酢酸数滴を滴下するとき、青色を呈しない。~~

定量法 本品約 ~~1.0~~ 1 g を精密に量り，水 200ml を加えて ~~溶解する~~ 溶かす。この溶液に硫酸 10ml を加え，0.02mol/~~1L~~ 1L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は，液の紅色が 30 秒間持続するときとする。

0.02mol/~~1L~~ 1L 過マンガン酸カリウム溶液 1 ml = 48.41mg  $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

ブタノール

Butanol

$C_4H_{10}O$

分子量 74.12

Butan-1-ol [71-36-3]

含 量 本品は、ブタノール ( $C_4H_{10}O$ ) 99.5%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。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.393 \sim 1.404$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.807 \sim 0.809$  ~~( $25^\circ C$ )~~

(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

(4) ジブチルエーテル 0.15%以下

定量法を準用してガスクロマトグラフィーを行うとき、ジブチルエーテルのピーク面積は、全ピークの合計面積の 0.15%以下である。ただし、ジブチルエーテル・ブタノール溶液 (15→10,000) 1  $\mu$ l につき、試験するとき、ブタノールとジブチルエーテルのピークが完全に分離する操作条件を用いる。

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (2)により定量する。

## プロパノール

Propanol

$C_3H_8O$

分子量 60.09

Propan-1-ol [71-23-8]

~~1-propanol [71-23-8]~~

含 量 本品は、プロパノール ( $C_3H_8O$ ) 99.0%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。

純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.383 \sim 1.388$

(2) 比重  ~~$d_{25}^{25} = 0.800 \sim 0.805$  (25°C)~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

5-メチルキノキサリン

5-Methylquinoxaline

$C_9H_8N_2$

分子量 144.187

5-Methylquinoxaline [~~13708-12-8~~]

含 量 本品は、5-メチルキノキサリン ( $C_9H_8N_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～だいたい色の液体又は結晶塊で、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  $n_D^{20} = 1.615 \sim 1.625$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 1.102 \sim 1.128$  (~~25°C~~)

定 量 法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

## リン酸三マグネシウム

~~Tri~~magnesium ~~phosphate~~

第三リン酸マグネシウム

分子量 8 ~~水塩水和物~~ 406.98  
Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·nH<sub>2</sub>O (n = ~~4~~8, 5 又は ~~8~~4) 4 ~~水塩水和物~~ 334.92

Trimagnesium phosphate hydrate [13446-23-6, 8 水和物 ; 13465-22-0, 4 水和物 ; 7757-87-1, 無水物]

~~Magnesium phosphate tribasic [8 水塩 13446-23-6]~~

定 義 本品には結晶物 (~~4~~8 ~~水塩水和物~~, 5 ~~水塩水和物~~ 及び ~~8~~4 ~~水塩水和物~~) がある。

含 量 本品を強熱したものは、リン酸三マグネシウム・無水物 (Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> = 262.86) 98.0~101.5%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 ~~本品の水溶液(1→20)はマグネシウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。~~

(1) 本品 0.2g を希硝酸 10 ml に溶かした液は、モリブデン酸アンモニウム試液を滴下するとき黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液を加えるとき、黄色の沈殿は溶け、白色の沈殿が生成する。

(2) 本品 0.1g を希酢酸 0.7 ml と水 20 ml を加えて溶かし、塩化鉄 (III) 試液 1 ml を加えて 5 分間放置後ろ過する。ろ液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 ~~結晶物は、乾燥した後、試験を行う。~~

(1) 溶状 ~~わずかに混濁~~

本品 ~~2.0~~2g を量り、水 16ml 及び希塩酸 ~~5.0~~5ml を加え、水浴上で 5 分間加熱して溶かし、検液とする。

(2) 重金属 Pb として 30 μg/g 以下 ~~(1.33g, 比較液 鉛標準液 3.0ml)~~

本品 1.33g を量り、水 20ml に分散させ、~~塩酸 (1→4) 5ml を加えて pH3~4 に調整して試料を溶かし、ろ過後、水を加えて 40ml とし、検液とする。~~希塩酸を加えて pH3~4 に調整して溶かす。この液をろ過後、水を加えて正確に 40 ml とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、ろ液 10ml を正確に加え、水を加えて正確に 40ml とする。残りのろ液 30ml に水を加えて正確に 40ml とし、検液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~4.0 μg/g 以下 ~~(0.50g, 装置 B)~~ を用いる。

本品 0.50g を量り、~~希塩酸 (1→4) 5ml を加えて溶かし、検液とする。~~

(4) フッ化物 F として 5.0 μg/g 以下

本品 1.0g を量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1→10) 10ml を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製ビーカーに移して直ちに氷冷する。~~これに~~クエン酸ナトリウム溶液 (~~25~~1→1004) 15ml、エチレンジアミン四酢酸

二ナトリウム溶液 (~~2.51~~→~~10040~~) 10ml を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (~~4.2~~→~~10.5~~) で pH を ~~5.4~~~5.6 に調整する。~~その液をし~~、100ml のメスフラスコに移し、水を加えて 100ml とする。この液約 50ml をポリエチレン製ビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及びフッ素イオン電極を接続した電位差計で測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110℃ で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210g を正確に量り、ポリエチレン製ビーカーに入れ、水 200ml を加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000ml とし、ポリエチレン製容器に入れて移して比較原液とする。使用時に、比較原液 5 ml を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000ml とする。この液 1 ml を正確に量り、ポリエチレン製ビーカーに入れ、これにクエン酸ナトリウム溶液 (~~2.51~~→~~1004~~) 15ml 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 (~~2.51~~→~~10040~~) 10ml を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (~~4.2~~→~~10.5~~) で pH を ~~5.4~~~5.6 に調整する。~~そのこの液~~を 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて 100ml とする。この液約 50ml をポリエチレン製ビーカーにとり比較液とする。

強熱減量 4 ~~水塩水和物~~ 15%~23% (1.0g, 425℃, 3時間)

5 ~~水塩水和物~~ 20%~27% (1.0g, 425℃, 3時間)

8 ~~水塩水和物~~ 30%~37% (1.0g, 425℃, 3時間)

定量法 本品を強熱し、その約 0.3g を精密に量り、水 50ml 及び塩酸 (2→3) 5 ml を加えて溶かし、更に 0.1mol/L EDTA 溶液 40ml を加えて、50℃ の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約 10ml を加え、0.1mol/L 酢酸亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。終点は、液の青色が青紫色と変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L EDTA 溶液 1 ml = 8.762mg  $Mg_3(PO_4)_2$

塩化鉄 (III) 試液: 塩化鉄 (III) 9 g を量り、水を加えて 100 ml とする。

0.1 mol/L EDTA 溶液 1,000ml 中エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム

( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ , 分子量 372.24) 37.224g を含む。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 38g を量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 1,000ml とする。

標定 本液 20ml を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH 10.7) 2ml 及び水を加えて約 100ml とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指

示薬 エリオクロムブラックT試液5滴)。