

オクタン酸エチル

Ethyl Octanoate

カプリル酸エチル

$C_{10}H_{20}O_2$

分子量 172.2726

o-Ethyl octanoate [106-32-1]

含 量 本品は、オクタン酸エチル ($C_{10}H_{20}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で、ブランドーようのにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 ml にエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で30分間加熱するとき、ブランドーようのにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、オクタン酸のにおいを発する。

(2) 本品 1 ml にエタノール 1 ml を加えて溶かし、ヒドラジン (抱水) 0.4 g を加え、還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後、析出した結晶塊をろ取り、少量のエタノールで洗い、エタノールを用いて再結晶するとき、その融点は、87~90°C である。

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長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 $n_D^{20} = 1.417 \sim 1.419$

(2) 比重 0.867~0.871

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 8.0 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 = 86.13 mg $C_{10}H_{20}O_2$

オルトフェニルフェノール

o-Phenylphenol

$C_{12}H_{10}O$

分子量 170.21

2-Phenylphenol [90-43-7]

含 量 本品は、オルトフェニルフェノール ($C_{12}H_{10}O$) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色、淡黄色又は淡紅色の粉末、薄片又は塊で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール溶液 (1→100) 1 ml にホウ酸ナトリウム溶液 (1→500) 4 ml 及び 2,6-ジクロロキノクロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液は、青~青紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液（1→100）1 mlにホルマリン・硫酸試液1 mlを層積するとき、接界面は、紅色を呈する。

純度試験 (1) 融点 57～59℃

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

(3) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 パラフェニルフェノールとして0.1%以下

本品1.0gを量り、エタノール5 ml及びカフェイン・エタノール溶液（1→1,000）5 mlを加えて溶かし、検液とする。別にパラフェニルフェノール・エタノール溶液（1→5,000）5 mlを量り、カフェイン・エタノール溶液（1→1,000）5 mlを加えて比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のパラフェニルフェノールのピーク面積及びオルトフェニルフェノールのピーク位置とカフェインのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和（A）とカフェインのピーク面積（A_s）との比A/A_sは、比較液のパラフェニルフェノールのピーク面積（A'）とカフェインのピーク面積（A'_s）との比A'/A'_sを超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して3%のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177～250 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3～4 mm，長さ1 mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～250℃の一定温度

~~キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。カフェインのピークが約12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 カフェインのピークが約12分後に現れるように調整する。~~

強熱残分 0.05%以下（5 g）

定量法 本品の粉末約2 gを精密に量り、水酸化ナトリウム溶液（1→25）25 mlを加え、必要があれば加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に500 mlとし、検液とする。検液25 mlを正確に量り、ヨウ素ビンに入れ、臭素酸カリウム溶液（1→350）30 mlを正確に量って加え、更に臭化カリウム溶液（2→25）5 ml及びメタノール50 mlを加えてよく振り混ぜる。次に塩酸（1→2）約10 mlを速やかに加え、直ちに栓をして軽く振り混ぜ、30秒間反応させる。ヨウ素ビンの上部にヨウ化カリウム試液15 mlを入れ、栓をゆるめて流し込み、栓及びフラスコの口を水でよく洗った後、よく振り混ぜて5分間放置する。遊離したヨウ素を0.1 mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬デンプン試液4 ml）。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

オルトフェニルフェノール (C₁₂H₁₀O) の含量

$$= \frac{4.255 \times (a - b)}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50} \times 100 (\%)$$

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)

オルトフェニルフェノールナトリウム

Sodium o-Phenylphenate

C₁₂H₉NaO · 4H₂O

分子量 264.25

Monosodium 2-phenylphenolate (tetrahydrate) [132-27-4, 無水物]

~~無水物 [132-27-4]~~

含 量 本品を無水物換算したものは、オルトフェニルフェノールナトリウム (C₁₂H₉NaO=192.19) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は淡紅～紅色の粉末、薄片又は塊で、特異なおいがある。

確認試験 (1)「オルトフェニルフェノール」の確認試験(1)及び(2)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) 液性 pH11.1～12.2 (1.0g, 水50ml)

(2) オルトフェニルフェノール 本品1.0gを量り、水50mlを加えて溶かし、弱酸性になるまで塩酸(1→4)を加えた後、1時間放置する。生じた沈殿をろ取し、少量の水で洗い、デシケーター(硫酸)で24時間乾燥するとき、その融点は、55～58℃である。

(3) 水酸化ナトリウム 1.0%以下

本品の粉末約5gを精密に量り、50vol%エタノール50mlを加えて溶かし、1mol/L塩酸で滴定し(指示薬 ブロモフェノールブルー試液1ml)、次式により含量を求める。

水酸化ナトリウム(NaOH)の含量

$$= \left[\frac{\text{1mol/Lの塩酸の消費量 (ml)} - \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{0.264}}{0.264} \right] \times \frac{0.04}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

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

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品の粉末5.0g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 5 ml を加えて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 5 ml を加えて加熱する。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）15
 ml 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 25 ml とし、この液
 5 ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。標準色は、ヒ素標準液 10 ml を分解フラ
 スコに入れ、硝酸 20 ml を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(6) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 オルトフェニルフェノー
 ルに対し、パラフェニルフェノールとして 0.1% 以下

本品 2.0 g を量り、水 100 ml を加えて溶かし、弱酸性になるまで塩酸（1 → 4）を加
 えた後、1 時間放置する。生じた沈殿をろ取り、少量の水で洗い、デシケーター（硫
 酸）で 24 時間乾燥する。この 1.0 g を量り、エタノール 5 ml 及びカフェイン・エタノ
 ール溶液（1 → 1,000）5 ml を加えて溶かし、これを検液とし、以下「オルトフェ
 ニルフェノール」の純度試験 (3) を準用する。

水分 25.0～28.0% (0.1g, 直接滴定) ただし、水分測定用メタノール 25 ml の代
 わりに水分測定用メタノール 20 ml 及び酢酸 10 ml を用いる。

定量法 本品の粉末約 3 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）数滴及び水
 を加えて溶かし、正確に 500 ml とする。これを検液とし、以下「オルトフェニルフェノ
 ール」の定量法を準用する。

オルトフェニルフェノールナトリウム ($C_{12}H_9NaO$) の含量

$$\frac{4.805 \times (a - b)}{\dots}$$

400 (%)

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

$$\frac{4.805 \times (a - b)}{\dots}$$

100 (%)

$$\frac{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \times 50}{\dots}$$

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

オレイン酸ナトリウム

Sodium Oleate

$C_{18}H_{33}NaO_2$

分子量 304.4641

~~Monosodium (8Z)-heptadec-8-enoate~~ [143-19-1]

性状 本品は、白～帯黄色の粉末又は淡褐色の粗末粒若しくは塊で、特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(2→50) 50mlにかき混ぜながら硫酸(1→20) 5mlを加え、あらかじめ水で潤したろ紙を用いてろ過する。残留物を、洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を示さなくなるまで水洗する。油状の残留物を乾燥ろ紙を用いてろ過し、その油液2～3滴を小試験管に採取し、硫酸約1mlを層積するとき、その接界面に褐赤帯を生じる。また油液1～3滴を採取し、酢酸(1→4) 3～4mlを加えて溶かし、これに三酸化クロム酢酸溶液(1→10) 1滴を加え、更に振り混ぜながら硫酸10～30滴を加えるとき、暗紫色を呈する。

(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) 溶状 ほとんど澄明(0.50g, 水20ml)

(2) 遊離アルカリ 0.5%以下

本品を粉末とし、その約5gを精密に量り、中和エタノール100mlを加え、加熱して溶かす。不溶物を熱時ろ過し、約40℃の中和エタノールで洗液が無色となるまで洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、この液を0.05mol/l硫酸で滴定し、その消費量をa mlとする。更に先の残留物を熱湯10mlずつで5回洗い、全洗液を合わせ、冷後、プロモフェノールブルー試液3滴を加え、0.05mol/l硫酸で滴定し、その消費量をb mlとする。次式によって遊離アルカリの量を求める。

$$0.0040 \times a + 0.0053 \times b$$

$$\text{遊離アルカリの含量} = \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

試料の採取量 (g)

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

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品5.0gを量り、熱湯30mlを加え、よくかき混ぜて溶かす。これに硫酸(1→20) 6mlを滴加し、析出する脂肪酸をエチルエーテルで抽出して除き、水を加えて50mlとする。この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。ただし、標準色は、ヒ素標準液10.0mlを量り、水30ml及び硫酸(1→20) 6mlを加え、水を加えて50mlとする。この液10.0mlを量り、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

強熱残分 22.0～25.0%

カオリン

Kaolin

白陶土

定 義 本品は、天然の含水ケイ酸アルミニウムを精製したものである。

性 状 本品は、~~白又は~~類白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.2gに無水炭酸ナトリウム及び無水炭酸カリウムの等量混合物1.5gを混和し、白金製又はニッケル製のるつぼに入れ、完全に融解するまで加熱する。冷後、水5mlを加え、約3分間放置した後、るつぼの底を弱く加熱してはがれた融塊を水とともにビーカーに移し、泡が生じなくなるまで少量ずつ塩酸を加える。~~さらに、更に~~この液に塩酸10mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。これに水200mlを加えて煮沸し、ろ過する。ゲル状の残留物を白金皿に移し、フッ化水素酸5mlを加えるとき溶け、加熱するとき、ほとんど蒸発する。

(2) (1)のろ液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

(3) 本品8gに水5mlを加えてよく混和したものは、可塑性となる。

純度試験 (1) 液性 pH6.0~8.0

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

(2) 水可溶物 0.30%以下

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

(3) 硫酸可溶物 2.0%以下

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

(4) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下

本品4.0gを量り、水70mlを加え、塩酸10ml及び硝酸5mlを加え、水浴上で15分間振り混ぜながら加熱し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとする。この液50mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸（1→20）2ml及び水20mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸（1→20）2ml及

び水を加えて50mlとする。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水2.5ml及び硫酸0.5mlを加え、ホットプレート上で白煙を生じるまで加熱する。冷後、水を加えて5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 異物 本品5gを量り、水300mlを加えてかき混ぜた後、30秒間放置する。微粒子を含んだ液の大部分を傾斜して捨て、器の底に残った部分を先を平らにしたガラス棒で圧するとき、砂石による音がしない。

強熱減量 15.0%以下(550℃, 恒量)

加工ユーケマ藻類

Semirefined Carrageenan

Processed Eucheuma Algae

Processed Red Algae

定 義 本品は、~~カラギナン~~の一種である。カラギナンは、(イバラノリ属 (*Hepones*)、キリンゴイ属 (*Eucheuma*)、ギンナンソウ属 (*Irídases*)、スギノリ属 (*Gigartina*) 及びツノマダ属 (*Chondrus*) の藻類の全藻から得られた、 ι -カラギナン、 κ -カラギナン及び λ -カラギナンを主成分とするものであるものをいう。) の一種である。

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

確認試験 (1) 本品4gを水200mlに加えて、かき混ぜながら水浴中で約80℃に保ち、均一な粘りや粘稠液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘りや均一な溶液又はゲルになる。

(2) 本品0.1gを水20mlに加えて、塩酸(1→5)5mlを加えて5分間煮沸し、必要があれば沈殿を除き、この液に塩化バリウム溶液(3→25)3mlを加えるとき、及び塩酸(1→5)5mlを加えてよく混和し、必要があれば沈殿を分離して分離液を5分間煮沸するとき、白濁又は白色の結晶性の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 粘度 5.0mPa・s以上

~~乾燥した乾燥物換算した~~本品7.5gを精製水450mlに加えて、10～20分間攪拌かくはんして分散させる。更に精製水を加えて内容物を500gとし、連続的にかくはんしながら水浴中で80℃まで加熱する。精製水を加えて蒸発水分を補正した内容物の75℃における粘度を、粘度測定法の第2法により求める。ただし、あらかじめ約75℃まで加熱したローター1号及びアダプターを粘度計に装着し、所定の位置までローターを沈め、1分間当たり30回転で測定を開始し、6回転(12秒)後の値を読み取る。粘度が低すぎるときには、低粘度用アダプターを用い、粘度が高すぎるときにはローター2号を用いる。

(2) カルシウム 1.5%以下

本品を乾燥し、その約10gを精密に量り、るつぼに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500℃で約5時間加熱し灰化する。灰化物に精製水10ml及び1 mol/l硝酸5 mlを加え、3分間煮沸する。これをろ過し、精製水を用いて正確に50mlとする。この液1 mlを正確に量り、1 mol/l硝酸1 mlを加え、精製水を用いて正確に100 mlとし、検液とする。別に炭酸カルシウムを180℃で1時間乾燥し、この2.497gを正確に量り、塩酸(1→4)20mlを加えて溶かし、精製水を加えて正確に1,000mlとする。この液の適量を正確に量り、1 mol/l硝酸1 mlを加えて1 ml中にカルシウム(Ca≡40.08)1~3 μgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光度測定法原子吸光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のカルシウム量を求める。

操作条件

光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ
分析線波長 422.7nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

(3) ナトリウム 1.0%以下

本品を乾燥し、その約10gを精密に量り、るつぼに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500℃で約5時間加熱し灰化する。灰化物に3 mol/l塩酸5 mlを加えて分散させ、3分間煮沸する。これを下に50mlのメスフラスコの受器をおき、底にガラス繊維を入れた内径12mm、高さ70mmのクロマトグラフ管に3 mol/l塩酸少量を用いて完全に洗いこむ。更に3 mol/l塩酸を用いて液量が約45mlとなるまで溶出する。次に精製水を加えて正確に50mlとする。この液2 mlを正確に量り、0.02mol/l塩酸を加えて正確に500ml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、この0.2542gを正確に量り、0.02mol/l塩酸に溶かし、正確に1,000mlとする。この液の適量を正確に量り、0.02mol/l塩酸を加えて1 ml中にナトリウム(Na≡22.99)1~3 μgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光度測定法原子吸光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のナトリウム量を求める。

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

(4) 硫酸基 15~40%

本品約10gを精密に量り、100mlのケルダールフラスコに入れる。塩酸(1→10)

50mlを加えて還流冷却管を付け、1時間煮沸する。10vol%過酸化水素水溶液25mlを加え、更に5時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し、ろ液を500mlのビーカーに移し、煮沸しながら塩化バリウム溶液(3→25)10mlを徐々に加える。水浴中で2時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温水で洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙とともに乾燥し、磁製のつぼに入れ、内容物が白く灰化するまで焼いた後、硫酸バリウムとして秤量し、次式により硫酸基(SO₄)の含量を求め、乾燥物換算する。

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

(5) 酸不溶物 8～18%

本品約~~2.0~~2gを精密に量り、蒸留水150ml及び硫酸1.5mlを入れた300mlのビーカーに加える。このビーカーを時計皿でおおい、水浴中で6時間加熱する。時々ガラス攪拌かくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら蒸留水で洗い流し、蒸発によって失われた水の量を補正する。あらかじめ105℃で3時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約~~0.500~~0.5gを精密に量り、試料液に加えて十分かくはんする。あらかじめ105℃で3時間乾燥したガラスろ過器(1G3)の重量質量を測定した後、このガラスろ過器を用いて、吸引ろ過し、残留物を温水でガラスろ過器に洗い込む。残留物を集めたガラスろ過器を105℃で3時間乾燥後、デシケーター中で放冷し、総重量質量を量り、次式により酸不溶物を求める。

酸不溶物

$$= \frac{\text{総重量質量 (g)} - (\text{クロマトグラフィー用ケイソウ土の重量質量 (g)} + \text{ガラスろ過器の重量質量 (g)})}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

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

(7) 鉛 Pbとして~~40~~5.0μg/g以下(~~40~~0.0g, 第1法)

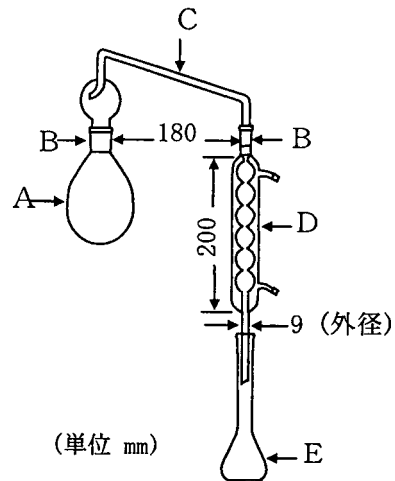
(8) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(9) メタノールと2-プロパノールの合計量 0.10%以下

(i) 装置

概略は次の図による。

- A : ナス型フラスコ (300ml)
- B : すり合わせ連結部
- C : しぶき止め付き蒸留管
- D : 冷却器
- E : メスフラスコ (100ml)



(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 ml を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2 ~ 3 ml の留出速度で、留分が約 90 ml になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は *tert*-ブタノール溶液 (1-1,000) とする。別にメタノール及び 2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 ml とする。この液 5 ml を正確に量り、水を加えて正確に 50 ml とする。この液 2 ml 及び内標準溶液 4 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μ l ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノール及び 2-プロパノールのピーク面積比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{S1} 、 Q_{S2} を求め、以下の式により、メタノール及び 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 0.4 \text{ (\%)}$$

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4 \text{ (\%)}$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニル
ベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m 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
なるように調整する。

乾燥減量 12.0% 以下 (105℃, 4 時間)

灰 分 15.0~35.0% (乾燥物換算)

酸不溶性灰分 2.0% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度

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

過酸化水素

Hydrogen Peroxide

Hydrogen peroxide [7722-84-1]

含 量 本品は, 過酸化水素 ($H_2O_2 = 34.01$) 35.0~36.0% を含む。

性 状 本品は, 無色澄明な液体で, においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 1 ml に硫酸 (1→20) 5 ml 及び過マンガン酸カ
リウム溶液 (1→300) 1 ml を加えるとき, 泡立ち, 液の色は消える。

(2) 本品は, 過酸化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 3 ml を正確に量り, 新たに煮沸し冷却した水 50 ml 及びメチ
ルレッド試液 2 滴を加え, 0.02 mol/l 水酸化ナトリウム溶液で滴定するとき, その
消費量は, 1.0 ml 以下である。

(2) リン酸塩 PO_4 として 62.5 μ g/ml 以下

本品 8 ml を正確に量り, 水 10 ml 及び塩酸 3 ml を加えて水浴上で徐々に加熱して蒸
発乾固する。残留物に温湯約 30 ml を加えて溶かし, 冷後, ~~さらに~~更に水を加えて 50
ml とする。この液 5 ml を正確に量り, ネスラー管に入れ, 検液とし, 硫酸 (1→6)
4 ml 及びモリブデン酸アンモニウム溶液 (1→20) 1 ml を加えてよく振り混ぜ, 3
分間放置する。~~さらに~~更に 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 ml を加
えて振り混ぜ, 60℃ の水浴中で 10 分間加温した後, 流水で冷却するとき, 検液の呈
する青色は, ~~検液~~比較液の呈する色より濃くない。比較液は, リン酸塩標準液 5.0 ml

を量り、ネスラー管に入れ、検液の場合と同様に操作して調製する。

(3) 重金属 Pbとして $10\mu\text{g/ml}$ 以下

本品2mlを正確に量り、水10mlを加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で泡立ちがやむまで穏やかに加温した後、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。

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

本品0.5mlを正確に量り、水を加えて10mlとし、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固した後、残留物に少量の水を加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

(5) 蒸発残留物 0.030%以下

本品10mlを量り、水約20mlを加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固し、残留物を 105°C で1時間乾燥し、その重量を量る。

定量法 本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に250mlとし、この液25mlを正確に量り、硫酸(1→20)10mlを加え、 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02mol/l 過マンガン酸カリウム溶液1ml = 1.7007mg H_2O_2

カゼイン

Casein

含量 本品を乾燥したものは、窒素(N=14.01)13.8~16.0%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mlを加えて溶かし、酢酸(1→3)8mlを加えるとき、白色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)10mlを加えて溶かし、硫酸銅溶液(1→8)1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は、紫色を呈する。

(3) 本品0.1gを $450\sim 550^\circ\text{C}$ で強熱するとき、発煙し、特異なにおいを発生する。煙が発生しなくなった後、加熱をやめ、冷後、黒色の残留物に硝酸(1→10)5mlを加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液にモリブデン酸アンモニウム試液1mlを加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

本品を減圧デシケーターで4時間乾燥した後、微細な粉末とし、その0.1gを量り、水30mlを加えて振り混ぜ、約10分間放置し、水酸化ナトリウム溶液(1→250)2ml

を加え、ときどき振り動かしながら60℃で1時間加温して溶かし、冷後、水を加えて100mlとし、検液とする。

(2) 液性 pH3.7~6.5

本品1.0gを量り、水50mlを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

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

(4) 水可溶物 1.0%以下

本品1.5gを量り、水30mlを加え、10分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液20mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、100℃で恒量になるまで乾燥し、重量質量を量る。

(5) 脂肪 1.5%以下

あらかじめフラスコを100℃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2.5gを精密に量り、別の容器に入れ、塩酸(2→3)15mlを加え、直火で穏やかに加熱して溶かした後、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール10mlを加え、リョーリツヒ管に移し、エーテルジエチルエーテル25mlを加え、1分間激しく振り混ぜる。次に石油エーテル25mlを加え、30秒間激しく振り混ぜた後、放置する。側枝管Aよりとった上層液をろ紙を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに入れる。更にエーテルジエチルエーテル15ml及び石油エーテル15mlずつを用いて同様の操作を2回繰り返す。上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上でエーテルジエチルエーテル及び石油エーテルを留去し、残留物を98~100℃で4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。

(リョーリツヒ管の図は省略する。)

乾燥減量 12.0%以下(100℃, 3時間)

強熱残分 2.5%以下(乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol/+硫酸 1 ml = 1.4007mg = 101mg N

カゼインナトリウム

Sodium Caseinate

[9005-46-3]

含量 本品を乾燥したものは、窒素(N=14.01)14.5~15.8%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なおいと味がある。

確認試験 (1)「カゼイン」の確認試験(1)、(2)及び(3)を準用する。

(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) 溶状 無色，微濁

「カゼイン」の純度試験(1)を準用する。

(2) 液性 pH6.0～7.5 (1.0g, 水50ml)

~~本品1.0gを量り，水50mlを加えた液について測定する。~~

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

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

(5) 脂肪 1.5%以下

「カゼイン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 15.0%以下 (100℃, 3時間)

強熱残分 6.0%以下 (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し，その約0.15gを精密に量り，窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol/L硫酸 1ml = 1.4007mg = 101 μ g N

活性炭

Active Carbon

性状 本品は，黒色の粉末，粒又は繊維状の物質で，におい及び味がない。

確認試験 (1) 本品を，粉末の場合はそのまま，粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕

し，その約0.1gを量り，希メチレンブルー試液10ml及び塩酸(1→4)2滴を加え，よく振り混ぜた後，乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は，無色である。

(2) 本品を，粉末の場合はそのまま，粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し，その約0.5gを量り，試験管に入れ，試験管口に送風しながら直火で加熱するとき，火炎を生じないで燃焼し，発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき，白濁を生じる。

純度試験 本品を，粉末の場合はそのまま，粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し，110～120℃で3時間乾燥した後，その4.0gを量り，硝酸(1→100)0.1mlを加えた水180mlを加え，わずかに沸騰が持続する程度に約10分間加熱する。冷後，水を加えて200mlとし，乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約30mlを捨て，残りのろ液をA液として次の(1)～(5)の試験を行う。

(1) 塩化物 Clとして0.53%以下

A液1.0mlを量り，試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mlを用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄として0.48%以下

A液2.5ml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。

(3) 亜鉛 Znとして0.10%以下

A液2.0mlを量り、硝酸(1→100)0.1mlを加えた水で200mlとし、~~試料液~~検液とする。別に、~~亜鉛標準液~~4.0mlを量り、硝酸(1→100)0.1mlを加えた水で200mlとし、比較液とする。~~試料液~~検液及び比較液につき、次の操作条件で~~原子吸光度測定法~~原子吸光度法により試験を行うとき、~~試料液~~検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン又は水素

(4) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下

A液50mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150)10mlを加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに硝酸(1→150)を加えて10mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う~~とき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。~~

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。第2法、装置Bを用いる。

ガティガム

Gum Ghatti

→[9000-28-6]

定 義 本品は、ガティノキ (*Anogeissus latifolia* Wallich) の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性 状 本品は、灰～帯赤灰色の粉末若しくは粒又は淡～暗褐色の塊で、ほとんどにおいがない。

確認試験 (1) 本品1gに水5mlを加えるとき、~~粘りやろ~~粘潤な液体となる。

(2) 本品の水溶液(1→100)5mlに薄めた塩基性酢酸鉛試液(~~2~~1→~~400~~5)0.2mlを滴下したとき、沈殿は生じないか又はごくわずかの沈殿を生じるが、これにアンモニア試液0.5mlを加えると、乳白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1→50)をクロマトグラフィー用ケイソウ土でろ過した溶液は、左旋性を示す。

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 $4.0 \mu g/g$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 14.0%以下 (105°C, 5時間)

灰分 6.0%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1gにつき, 細菌数は10,000以下である。また大腸菌は認めない。

カラメル I

Caramel I (plain)

カラメル

定義 本品は, でん粉加水分解物, 糖蜜又は糖類の食用炭水化物を, 熱処理して得られたもの, 又は酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので, 亜硫酸化合物及びアンモニウム化合物を使用していないものである。

性状 本品は, 暗褐～黒色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり, 味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)は, 淡褐～黒褐色を呈する。

(2) あらかじめ測定する吸光度が約0.5になるように本品を量り, 0.025 mol/l 塩酸を加えて正確に100mlとし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, A液とする。A液20mlを量り, 弱塩基性ジエチルアミノエチル架橋セルロース陰イオン交換体0.20g (0.7 meq/g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する)を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液を採りとり, B液とする。A液及びB液を 0.025 mol/l 塩酸を対照とし, 液層の長さ1cmで波長560nmにおける吸光度 (X_{A_A}) 及び (X_{B_A}) を測定するとき, $(X_{A_A} - X_{B_A}) / X_{A_A}$ は0.75以下を示す。

(3) 本品0.20～0.30gを量り, 0.025 mol/l 塩酸を加えて正確に100mlとし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, C液とする。C液40mlを量り, 強酸性ホスホリル架橋セルロース陽イオン交換体2.0g (0.85 meq/g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する)を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液をとり, D液とする。C液及びD液を 0.025 mol/l 塩酸を対照とし, 液層の長さ1cmで波長560nmにおける吸光度 (X_{C_A}) 及び (X_{D_A}) を測定するとき, $(X_{C_A} - X_{D_A}) / X_{C_A}$ は0.50以下を示す。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして $25 \mu g/g$ 以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液5.0ml)

(2) 鉛 Pbとして $2.0 \mu g/g$ 以下 (5.0g, 第1法)

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

(4) 固形物含量 55%以上

あらかじめ海砂30.0gを量り, ひょう量皿に入れ, その合計重量質量 (W_s) を精密に量る。本品1.5~2.0g (W_c) を精密に量り, 少量の水を加えてよくかき混ぜ, 水浴上で乾固するまで加熱し, 恒量になるまで60℃で5時間減圧乾燥し, その重量質量 (W_f) を精密に量り, 次式により固形物含量を算出する。

$$\text{固形物含量} = \frac{W_f - W_s}{W_c} \times 100 (\%)$$

(5) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

酸化マグネシウム1~3g又は硝酸マグネシウム6.4~19.2g, 白糖1g及び硝酸50mlを蒸発皿に採りとり, 本品5~10gを加え, 水浴上でペースト状になるまで濃縮する。冷えた電気炉 (約25℃常温) に蒸発皿を入れ, 徐々に加熱 (525℃以下) し, 全ての二酸化窒素の発煙が無くなるまで加熱を続ける。蒸発皿を冷却し, 塩酸 (1→2.5) で溶解し, 中和し, 更に5mlを加える。ろ過し, 沸騰するまで加熱し, 10%塩化バリウム溶液5mlを滴下しながら加える。100mlまで濃縮し, 一夜放置し, 定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し, 温湯で洗浄し, ろ紙及び残留物をあらかじめ重量質量を測定したるつぼに入れ, 恒量になるまで強熱して硫酸バリウムとして重量質量を精密に量る。次式により総硫黄を求め, 更に固形物換算する。別に空試験を行う。

$$\text{総硫黄} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.1374}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(6) 総窒素 4.0%以下 (固形物換算) (約1.0g, ケルダール法)

本品約1gを精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

(7) 4-メチルイミダゾール

本品の固形分10g相当量を精密に量り, 炭酸ナトリウム溶液 (1→5) 10mlを加えて溶かし, 更に炭酸ナトリウム溶液 (1→5) 10mlを用いて250mlの分液漏斗に洗い込み, クロロホルム/エタノール混液 (1→1) 100mlを加え, 2分間強く振り混ぜた後15分間放置する。下層を300mlの三角フラスコに移し, 上層はクロロホルム/エタノール混液 (4→1) 100mlを用いて同様に操作する。下層を合わせ, 無水炭酸カリウム10gを加え, 時々強く振り混ぜ, 10分間放置した後, 乾燥ろ紙でろ過し, 濾液を250mlの分液漏斗に入れる。ろ紙上の残留物をクロロホルム/エタノール混液 (1→1) 10mlで洗い, 洗液をろ液に合わせる。この液に0.25mol/l硫酸15mlを加え, 約2分間振り混ぜた後, 静置し, 水層を取る。更に, 0.25mol/l硫酸15mlを加え, この操作を2回繰り返す。全水層を合わせ, 炭酸カリ

~~ウムを少量ずつ加え、溶液のpHを約9とした後、250mlの分液漏斗に移し、フラスコを水5mlずつで3回洗い、洗液を先の分液漏斗に加え、更にクロロホルム・エタノール混液(1:1)100mlを加え、2分間強く振り混ぜた後、15分間放置し、下層を取る。上層はクロロホルム・エタノール混液(1:1)100mlを用いて同様に操作する。下層を合わせ、40℃以下で蒸発乾固する。残留物にアセトンを加えて溶かし5mlとする。その2 μ lを検液としエーテル/クロロホルム/メタノール混液(1:1:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行うとき、検液と同様に操作して対照液から得たスポットに対応するスポットを認めない。ただし、薄層板は担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い、担体と炭酸水素ナトリウム溶液(2→25)の懸濁液(1:2)を、厚さ0.2mmに塗布し、一夜風乾後、120℃で2時間乾燥したものを使用し、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、風乾した後、スルファニル酸試液と亜硝酸ナトリウム溶液(1→300)の混液(1:1)を噴霧し、10分間放置して呈色させ、自然光下で上方から観察する。対照液は4-メチルイミダゾール0.10gを水に溶かして250mlとし、2.0 μ lを用いる。~~

150mlポリプロピレンビーカーに固形分約10gに対応する量の本品を精密に量り、3.0mol/L水酸化ナトリウム溶液5mlを加え、均一に混合し、pH12以上とする。ビーカーにクロマトグラフィー用ケイソウ土20gを加え、内容物が半乾燥の混合物になるまで混合する。これを、ガラスウールを底に詰めた内径約2cmのクロマトグラフィー用ガラス管(テフロン製コック付き)に入れ、内容物が約25cmの高さになるように充てんする。酢酸エチルで先の試料ビーカーを洗浄しながら、酢酸エチルをガラス管に流し込む。溶媒がガラス管の底に達したとき、コックを閉じ、5分間放置する。コックを開け、ガラス管に酢酸エチルを注ぎ、流出液の総量が約200mlになるまで流出液を集める。流出液に内標準溶液1mlを正確に加えた後、ナス型フラスコに移し、酢酸エチルを35℃以下で留去する。残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に5mlとし、検液とする。別に4-メチルイミダゾール約0.02gを精密に量り、内標準溶液20mlを正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に100mlとし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール0.050gを量り、酢酸エチルを加えて溶かし、50mlとしたものとする。検液及び標準液をそれぞれ5 μ lずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液には4-メチルイミダゾールのピークを認めない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 充てん剤

液相 担体に対して7.5%のポリエチレングリコール20Mと2%水酸化カリウムの混合物

担体 150~160 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 4mm, 長さ 1m のガラス管
カラム温度 180℃
注入口温度 200℃
キャリアーガス 窒素
流量 50ml/分

カラメル II

Caramel II (caustic sulfite process)

カラメル

定 義 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、亜硫酸化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、アンモニウム化合物を使用していないものである。

性 状 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なおおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) カラメル I の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は0.50以上である。

(3) 本品0.10gを量り、水を加えて正確に100mlとし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を用い、A液とする。A液5mlを量り、水を加えて正確に100mlとし、B液とする。A液を水を対照とし、液層の長さ1cmで波長560nmにおける吸光度 ~~$\frac{X_{560} A_A}{X_{280} A_B}$~~ を、又B液を水を対照とし、液層の長さ1cmで波長280nmにおける吸光度 ~~$\frac{X_{560} A_A}{X_{280} A_B}$~~ をそれぞれ測定するとき、 ~~$\frac{X_{560} A_B}{X_{280} A_A} \times 20$~~ は50以上を示す。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして25 μ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液5.0ml)

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~ μ g/g以下(5.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として1.0 μ g/g以下(2.0g, 第3法, 装置B)

(4) 固形物含量 65%以上

カラメル I の純度試験(4)を準用する。

(5) 総硫黄 2.5%以下(固形物換算)

カラメル I の純度試験(5)を準用する。

(6) 総窒素 0.2%以下(固形物換算) ~~(約1.0g、ケルダール法)~~

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

(7) 二酸化硫黄 0.2%以下(固形物換算)

(i) 装置 概略は、次の図による。

(装置図は省略する。)

- A : 三つ口フラスコ (1 L)
- B : 栓 (シリコン製)
- C : 分液漏斗 (円筒形, 100ml容量)
- D : 受器 (遠沈管, 50ml容量)
- E : アリール氏冷却管 (300mm)
- F, G : 接続管
- H : ガス洗浄瓶 (250ml容量)
- I : 流量計

(ii) 操作法

三つ口フラスコ (A) に水180ml及びリン酸(1→4)25mlを入れ, 受器 (D₁, D₂) には過酸化水素試液20mlずつを入れる。次に窒素 (アルカリ性ピロガロール溶液で酸素を除いたもの) を流量200±10ml/分で通じながら, 冷却管 (E) から還流してくる水滴が1分間に80~90滴になるようにマントルヒーターの温度を制御しながら三つ口フラスコ (A) を加熱し, 約3分間煮沸する。冷後, 本品約10gを精密に量り, 三つ口フラスコ (A) 中に速やかに入れ, 先の窒素を流量200±10ml/分で通じながら三つ口フラスコ (A) を加熱して静かに沸騰させ, 60分間加熱を続けた後, 冷却管 (E) の水を止め, しばらく加熱を続け, 接続管 (F) の冷却管側に水蒸気の水滴が付き, 冷却管 (E) の上部が60~70℃に達したとき, 受器 (D₁, D₂) を取り外し, 接続管 (G, F) を少量の水で洗い, 受器中の捕集液をビーカーに移し, メチルレッド試液2滴を加え, 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液を液の色が黄色に変わるまで加える。この液に1 mol/L塩酸溶液4滴を加えて煮沸し, 塩化バリウム溶液 (1→6) 2mlを徐々に加える。この液を水浴上で1時間加熱し, 冷後, 一夜放置し, 定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し, ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温水で洗い, 残留物をろ紙とともに乾燥した後, 恒量となるまで強熱し, 硫酸バリウムとして重量質量を精密に量り, 次式により計算する。更に固形物換算する。

$$\text{二酸化硫黄 (SO}_2\text{) の含量} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.2745}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$