

ギ酸シトロネリル
Citronellyl Formate

C₁₁H₂₀O₂

分子量 184.28

11138-66-2 3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl formate 105-85-1

含 量 本品は、ギ酸シトロネリル (C₁₁H₂₀O₂) 86.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

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

(2) 「ギ酸ゲラニル」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.444 \sim 1.450$

(2) 比重 0.891~0.900

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール3.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定する。

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

けん化価－酸価

$$\text{ギ酸シトロネリル (C}_{11}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{) の含量} = \frac{\text{けん化価} - \text{酸価}}{561.1} \times 184.283 (\%)$$

キサントタンガム

Xanthan Gum

キサントタン多糖類

ザンサンガム

11138-66-2

定 義 本品は、キサントモナス菌 (*Xanthomonas campestris*) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

含 量 本品を乾燥したものは、キサントタンガム 72.0~108.0% 含む。

性 状 本品は、帯黄白色~類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 あらかじめ水 300 ml を 80℃ まで加熱し、500 ml のビーカーの中でかくはん機により高速でかくはんしながら、本品 1.5 g 及びカロブベーンガム 1.5 g の粉末を混合し

たものを添加する。混合物が溶解するまで60℃以上でかくはんした後、30分以上60℃以上でかくはんを続ける。かくはん後、室温になるまで2時間放置する。その後、4℃以下まで混合物を冷却するとき、弾力性のあるゲルが形成されるが、カロブیینガムを添加せずに、対照として同様に調製した1%溶液では弾力性のあるゲルが形成されない。

純度試験 (1) 総窒素 1.5%以下 (約0.2g, セミマイクロケルダール法)

~~(2) ビルビン酸 1.2%以上~~

~~あらかじめ200mlのビーカーに水80mlを入れ、ホモジナイザーを用いて、毎分約200回転で40℃でかくはんさせる。本品0.600gを正確に量り、少量ずつ先のビーカーに加えて溶解させた後、かくはん機について試料を少量の水で洗い、先のビーカーに加える。この液を50mlの遠心沈殿管に移し、毎分約3,000回転で10分間遠心分離して気泡を抜き、メスフラスコに入れる。200mlのビーカーを少量の水で洗い、洗液を先の遠心沈殿管に入れて振り混ぜ、同様に遠心分離して気泡を抜き、先のメスフラスコに入れ、更に遠心沈殿管を少量の水で洗い、洗液を先のメスフラスコに入れ、水を加えて正確に100mlとする。この液10mlを正確に量り、フラスコに入れ、1mol/l塩酸20mlを正確に加え、その重量を精密に量り、還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後、フラスコ内容物の重量を加熱前の重量となるように水で補正する。この液2mlを正確に量り、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン(2mol/l塩酸に溶かした溶液(1→200))10mlを正確に加えて振り混ぜ、5分間放置した後、酢酸エチル5mlずつで2回抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、炭酸ナトリウム溶液(1→10)5mlずつで3回抽出し、抽出液はメスフラスコに移し、更に炭酸ナトリウム溶液(1→10)を加えて、正確に100mlとし、検液とする。別にビルビン酸0.360gをとり、水を加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン(2mol/l塩酸に溶かした溶液(1→200))10mlを正確に加え、以下検液と同様に操作し、比較液とする。これらの液につき、水を対照として、波長375nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度より大きい。~~

~~(3) 重金属 Pbとして30μg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液3.0ml)~~

~~(42) 鉛 Pbとして502.0μg/g以下 (2.05.0g, 第1法)~~

~~(53) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)~~

~~(4) 2-プロパノール 0.05%以下~~

~~(i) 装置~~

~~「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)を準用する。~~

~~(ii) 操作法~~

~~本品約2gをナス型フラスコAに精密に量り、水200ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約1mlを入れ、よく混和する。内標準溶液4mlを正確に量り、メ~~

スフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らないように調整しながら1分間に2～3mlの留出速度で、留分が約90mlになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100mlとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノール溶液（1→1,000）とする。別に2-プロパノール約0.5gを精密に量り、水を加えて正確に50mlとする。この液5mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとする。この液2ml及び内標準溶液8mlを正確に量り、水を加えて正確に200mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0μlずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の*tert*-ブタノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.2 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180～250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3mm、長さ2mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下（105℃，2.5時間）

灰分 16.0%以下（105℃，4時間乾燥後）

微生物限度

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

定量法 あらかじめガラスろ過器（1G4）を80℃で30分間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、重量質量を精密に量る。乾燥した本品約0.50gを精密に量り、水酸化カリウム溶液（1→25）10mlを加えて溶かし、水90mlを加える。この液に塩酸（1→3）15ml及び無水エタノール300mlを加えてよくかき混ぜた後、2時間放置し、毎分4,000回転で10分間遠心分離する。上澄液を除去し、更に無水エタノールを加え、以下同様の操作を上澄液が塩化物の反応を呈さなくなるまで繰り返す。得られた沈殿を無水エタノールを用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物をアセトンで洗っ

た後、80℃で1.5時間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量質量~~重量質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{キサントングムの含量} = \frac{\text{残留物の重量質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

希釈過酸化ベンゾイル

Diluted Benzoyl Peroxide

194-36-0. 過酸化ベンゾイル

定義 本品は、過酸化ベンゾイルを「ミョウバン」、「リン酸のカルシウム塩類」、「硫酸カルシウム」、「炭酸カルシウム」、「炭酸マグネシウム」及びデンプンのうち1種以上のもので希釈したものである。

含量 本品は、過酸化ベンゾイル ($C_{14}H_{10}O_4 = 242.23$) 19.0~22.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 本品0.2gを試験管に入れ、クロロホルム7mlを加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、試験管の底に白色の不溶物が残る。更に4,4'-ジアミノジフェニルアミン試液2.0mlを加えるとき、液及び不溶物は、青緑色を呈する。

純度試験 (1) 粉末度 本品5.0gを量り、乾燥した標準網ふるい53 μ mに入れ、2分間強く上下左右に振り、時々受皿の底をたたく。次に1分間放置して微粉末を沈着させた後、ふるい上の残留物を量るとき、1.0g以下である。

(2) 延焼状態 本品1.0gを量り、ガラス板上に置き、高さ3mm、幅10mmとし、一端に点火するとき、他端まで延焼しない。

(3) 塩酸不溶物 本品0.20gを量り、塩酸(1→4)10mlを加えてよく振り混ぜ、徐々に加熱して約1分間煮沸する。冷後、この液に~~エーテル~~ジエチルエーテル約8mlを加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、両液層は、いずれも澄明で、接界面に著明な浮遊物を認めない。

(4) 液性 pH6.0~9.0

本品3.0gを量り、水30mlを加え、3分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

(5) アンモニウム塩 本品0.20gを量り、水酸化ナトリウム溶液(2→5)3mlを加えて煮沸するとき、発生するガスは、水で潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(6) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)7ml及び水10mlを加え、よく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、冷後、水を加えて50mlとし、ろ過する。ろ液25mlを量り、アンモニ

ア試液でpH~~を~~4.0~4.5とした後、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。

(7) バリウム 本品2.0gを量り、硝酸（1→10）15mlを加え、振り混ぜた後、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて40mlとする。この液をアンモニア試液でpH~~を~~2.4~2.8とした後、水を加えて50mlとし、硫酸（1→20）1mlを加えて10分間放置するとき、濁らない。

(8) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品0.50gを量り、塩酸（1→4）5mlを加えて穏やかに加熱し、速やかに氷水中で冷却した後ろ過し、残留物を水15mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて40mlとする。この液20mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。ただし、アンモニア水又はアンモニア試液で中和する操作は行わない。

定量法 本品約1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、~~クロロホルム/メタノール~~メタノール/クロロホルム混液（1：1）50mlを加えて振り混ぜる。この液にクエン酸・メタノール溶液（1→10）0.5ml及びヨウ化カリウム溶液（1→2）2mlを加え、直ちに密栓し、時々振り混ぜながら暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液）。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml=12.11mg C₁₄H₁₀O₄

キシリトール

Xylitol

キシリット

C₅H₁₂O₅

分子量 152.15

~~2,4,6-trihydroxy-2,5-diphenyl-3,4,5-trioxane~~ meso-Xylitol [87-99-0]

含量 本品を無水物換算したものは、キシリトール(C₅H₁₂O₅)98.5~101.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品5gに塩酸/ホルマリン混液（1：1）10mlを加えて溶かし、50℃で2時間加温した後、エタノール25mlを加えるとき、結晶を析出する。この結晶をろ取り、水10mlを加え、加温して溶かし、エタノール50mlを加える。析出した結晶をろ取り、エタノールを用いて2回再結晶し、105℃で2時間乾燥するとき、その融点は、195~201℃である。

(2) 本品を減圧下、酸化リン(V)デシケータ中で24時間乾燥し、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キシリトール

標準品のスペクトル又は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 92~96℃

(2) 溶状 澄明 (1.0g, 水2.0ml)

(3) 液性 pH5.0~7.0 (1.0g, 水10ml)

(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) 鉛 Pbとして~~1.0~~1.0 μ g/g以下 (10.0g, 第1法)

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

(7) ニッケル Niとして~~2.0~~2.0 μ g/g以下

本品50.0gを量り、~~希酢酸-水混液~~水/希酢酸混液 (1:1) を加えて溶かして500mlとし、これをA液とする。A液100mlを分液漏斗に分取し、1w/v%ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液2.0ml及びメチルイソブチルケトン10mlを加えて振り混ぜ、メチルイソブチルケトン層を~~採りとり~~採りとり、検液とする。別にA液100mlずつを3本の分液漏斗に分取し、ニッケル標準液0.5, 1.0及び1.5mlをそれぞれに加え、以下検液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、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 (フレイム方式) により試験を行い、標準添加法を用いて検液のニッケル含量を求める。

操作条件

光源ランプ ニッケル中空陰極ランプ

分析線波長 232.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(8) 他の糖アルコール 1.0%以下

L-アラビトール、ガラクトール、D-マンニトール及びD-ソルビトールについて定量法を準用して、これらの含量 (%) を計算し、その合計を他の糖アルコールの含量 (%) とする。ただし、比較液の調製にあつては、それぞれ約~~40mg~~0.01gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mlとする。

(9) 還元糖 ブドウ糖として0.2%以下

本品1.0gを量り、フラスコに入れ、水25mlを加えて溶かし、フェーリング試液40mlを加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。上澄液はガラスろ過器 (1G4) でろ過する。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加え、洗浄し、先のガラスろ過器でろ過し、洗液を捨てる。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返す。次にフラスコ内の沈殿に直ちに硫酸第二鉄試液20mlを加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/l~~の~~過マンガン酸カリウム溶液0.6mlを加えるとき、液の紅色は直ちに消えない。

水分 0.50%以下 (1.0g, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約2gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、内標準物質液内標準溶液 1mlを正確に量って加え、約60℃の水浴中で減圧下に濃縮し、乾固する。これに無水ピリジン1.0ml及び無水酢酸1.0mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で1時間加熱し、冷後、検液とする。ただし、内標準物質液内標準溶液は、エリスリトール約0.2gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に25mlとする。別にキシリトール標準品約0.2gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に10mlとする。この液1mlを正確に量り、以下検液の場合と同様に操作し、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。それぞれの液のエリスリトール誘導体のピーク面積に対するキシリトール誘導体のピーク面積比、 $R_{\text{rel}}Q_1$ 及び $R_{\text{rel}}Q_2$ を求め、次式により含量を求める。更に無水物換算を行う。

キシリトール (C₅H₁₂O₅) の含量

$$= \frac{\text{キシリトール標準品の採取量 (mg)} \times 10}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{R_{\text{rel}}Q_1}{R_{\text{rel}}Q_2} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm, 長さ30mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用14%シアノプロピルフェニル86%ジメチルポリシロキサンメチルシリコンを0.25μmの厚さで~~コラーゲン~~被膜したもの。

カラム温度 180℃で2分間保持し、その後毎分10℃で昇温し、220℃に到達後、15分間保持する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (20:1)

キャリアガス ~~及び流量~~ヘリウムを用いる

流量 エリスリトール誘導体のピークが約6分後に現れるように流量を調整する。

D-キシロース

D-Xylose

C₅H₁₀O₅

分子量 150.13

D-xylose D-Xylopyranose ([58-86-6])

含量 本品を乾燥したものは、D-キシロース (C₅H₁₀O₅) 98.0~101.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、甘味が

ある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 2～3滴を沸騰したフェーリング試液 5 mlに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 gに新たに煮沸し冷却した水 25 mlを加えて溶かした液は、右旋性である。

(3) 本品 1 gに水 3 mlを加え、温めて溶かし、塩酸 (1→4) ~~を~~ジフェニルアミン・エタノール溶液 (1→40) ~~を~~混液 (5 : 2) 3 mlを加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は、黄～淡だいたい色を呈する。

(4) 本品 0.5 gに水 20 mlを加えて溶かし、塩酸フェニルヒドラジン・酢酸ナトリウム試液 30 ml及び酢酸 (1→20) 10 mlを加え、水浴中で約 2 時間加熱し、生じた沈殿を水から再結晶するとき、その融点は、160～163℃である。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (4.0 g, 水 20 ml)

(2) 遊離酸 本品 1.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水 10 mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、0.2 mol/l ~~の~~水酸化ナトリウム溶液 1 滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.005% 以下

本品 1.0 gを量り、水 30 mlを加えて溶かし、検液とする。比較液には 0.005 mol/l ~~の~~硫酸 0.1 mlを用いる。

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

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

(6) 他の糖類 本品 0.5 gを量り、水を加えて溶かして 1,000 mlとし、検液とする。検液 0.1 mlを量り、対照液を用いず、~~を~~ n -ブタノール/ピリジン/水混液 (6 : 4 : 3) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つの紅色スポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を用い、展開溶媒の先端が検液を付けた点から約 15 cmに達したとき展開をやめ、先端の位置に印をつける。ろ紙を風乾した後、再び同じ展開溶媒で展開し、展開溶媒が前の印の ~~再~~ 再 ~~と~~ こ ~~ろ~~ ろに達したとき展開をやめる。更に同様の操作を 1 回繰り返した後、呈色液を噴霧し、100～125℃で 5 分間乾燥した後、自然光下で上方から観察する。呈色液は、アニリン 0.93 g及び無水フタル酸 1.66 gを量り、水を飽和した ~~を~~ n -ブタノール 100 mlを加えて溶かして調製する。

乾燥減量 1.0% 以下 (105℃, 3 時間)

強熱残分 0.05% 以下 (5 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 1 gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mlとする。この液 10 ml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溶液 (1→400) 50 mlを正確に量って加え、更に硫酸 1 mlを加えて水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5 gを加え、よく振り混ぜた後、冷暗所に 15 分間放置し、0.1 mol/l ~~の~~チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液)。別に空試

験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 1. ~~8766mg~~ 877mg $C_5H_{10}O_5$

キラヤ抽出物

Quillaia Extract

キラヤサポニン

定 義 本品は、キラヤ (*Quillaja saponaria* Molina) の樹皮から得られた、サポニンを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥したものは、部分加水分解サポニン30.0%以上を含む。

性 状 本品は、赤淡褐色の粉末又は褐色の液体で、特異な刺激性の味がある。

確認試験 (1) 粉末試料1.0gに等量の水を加え、室温で攪拌かくはんするとき、わずかに懸濁して溶ける。

(2) 粉末試料0.50g又は液状試料を乾燥したもの0.50gを、水20mlを加えて溶かす。この液2 μ lを量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール/水/酢酸混液(30:16:8:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、展開溶媒の先端が約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、p-アニスアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察するとき、RF値が0.1~0.5付近に帯状に連続する紫褐色のスポットが4個検出される。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110℃で1時間乾燥したものを使用し、する。展開溶媒の先端が約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、p-アニスアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察する。

純度試験 (1) 液性 pH4.5~5.5 (粉末試料 ~~4g~~ 1.0g又は液状試料を乾燥したもの ~~4.0g~~、水100ml)

(2) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下 (粉末試料2.0g又は液状試料を乾燥したもの2.0g、第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.6 μ g/g以下 (粉末試料0.75g又は液状試料を乾燥したもの0.75g、第3法、装置B)

(4) 二酸化硫黄 30 μ g/g以下

(i) 装置 概略は、次の図による。

(装置図は省略する。)

A : ガス洗浄器

B : 丸底フラスコ

C : ガス導入管

- D : 還流冷却器
 E : ガラス製ジョイント
 F : 吸収用フラスコ

(ii) 操作法

本品約100gを精密に量り、1,000mlの丸底フラスコBに入れ、メタノール500mlを加え懸濁させる。次にガス導入管Cをフラスコのほぼ底まで届くように付け、フラスコBの首部に還流冷却器Dを付ける。あらかじめメチルレッド試液で中性を確認した過酸化水素試液10mlを吸収用フラスコFに入れ、ガラス製ジョイントEを接続する。ガス導入管Cより二酸化炭素又は窒素を一定流量で流し、装置内の空気が流し出されたら、直ちに薄めた塩酸(1→3)30mlを還流冷却器D内丸底フラスコBに加え、還流冷却器Dにガラス製ジョイントEを接続する。メタノールが還流し始めるまでゆっくりと加熱した後、穏やかに2時間加熱し、吸収用フラスコFをはずし、0.01mol/l水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 メチルレッド試液3滴)。

0.01mol/l水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 0.3203 mg SO₂

水分 粉末試料 6.0%以下(1.0g, 直接滴定)

乾燥減量 液体試料 50.1~70.0%(1.0g, 105℃, 5時間)

強熱残分 10.0%以下(粉末試料1.0g又は液状試料を乾燥したもの1.0g)

定量法 粉末試料約~~2.0~~2g又は液状試料を乾燥したもの約~~2.0~~2g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、2%水酸化カリウム溶液10mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱する。冷後、エタノール25mlを加えて溶かし、リン酸0.5mlを加えた後、更に水を加えて正確に50mlとし、検液とする。別に定量用部分加水分解サポニンを105℃で3時間乾燥し、その約~~20mg~~0.02gを精密に量り、50vol%エタノールを加えて溶かし、正確に50mlとし、標準液とする。検液及び標準液20μlにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の部分加水分解サポニンのピーク面積 $S_{A_{T1}}$ 及び類縁体サポニン(部分加水分解サポニンに対する相対保持時間が約0.95)のピーク面積 $S_{A_{T2}}$ 並びに標準液の部分加水分解サポニンのピーク面積 S_{A_S} を測定する。

部分加水分解サポニンの含量

$$= \frac{\text{部分加水分解サポニンの採取量 (mg)}}{\text{試料採取量 (mg)}} \times \frac{(S_{A_{T1}} + S_{A_{T2}}) \times 10}{S_{A_S}} \times 100 (\%)$$

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 210nm)

カラム 充てん剤 5~10μmの化学結晶型オクタデシラン液体クロマトグラフ

イ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15～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 0.1%リン酸/アセトニトリル混液(13:7)

流量 部分加水分解サポニンの保持時間が約10分となるように調整する。

グァーガム

Guar Gum

グァーフラワー

グァルガム

定 義 本品はグァー (*Cyamopsis tetraginolobus* Tauber) の種子から得られた、多糖類を主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、穉白～わずかに黄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)「カロブیینガム」の確認試験(1)と同様に操作するとき、粘性のある液体となる。この液100mlを水浴上で約10分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前とほとんど変わらない。

(2) 「カロブیینガム」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) たん白質 7.0%以下 本品約0.15gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L硫酸1ml=0.8754mgたん白質

~~(2) デンブン 「カロブیینガム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 酸不溶物 7.0%以下 「加工ユーケーマ藻類」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(4) 重金属 Pbとして20.0mg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

~~(5) 鉛 Pbとして4.05.0μg/g以下 (4.05.0g, 第1法)~~

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

~~(7) 酸不溶物 7.0%以下 「加工ユーケーマ藻類」の純度試験(5)を準用する。~~

~~(8) デンブン 「カロブیینガム」の純度試験(5)を準用する。~~

~~(9) 2-プロパノール 1.0%以下 「カロブیینガム」の純度試験(6)を準用する。~~

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 5時間)

灰 分 1.5%以下 (800℃, 3～4時間)

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。

5'-グアニル酸二ナトリウム

Disodium 5'-Guanylate

5'-グアニル酸ナトリウム

$C_{10}H_{12}N_5Na_2O_8P$

分子量 407.1018

~~Disodium 5'-guanosine 5'-monophosphate~~

Disodium guanosine 5'-monophosphate [5550-12-9]

含量 本品を乾燥したものは、5'-グアニル酸二ナトリウム ($C_{10}H_{12}N_5Na_2O_8P$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 mlにオルシン・エタノール溶液 (1→10) 0.2 mlを加え、更に硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000) 3 mlを加え、水浴中で10分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 mlにマグネシア試液 2 mlを加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7 mlを加え、10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品 ~~20mg~~ 0.02g に塩酸 (1→1,000) 1,000 mlを加えて溶かした液は、波長 254~258 nm に極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.10g, 水10ml)

(2) 液性 pH7.0~8.5 (1.0g, 水20ml)

(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1法, 装置B)

(5) 吸光比 本品 ~~20mg~~ 0.020g を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして 1,000 ml とする。この液の波長 250 nm, 260 nm 及び 280 nm における吸光度 A_1 , A_2 及び A_3 を測定するとき、 A_1/A_2 は 0.95~1.03, A_3/A_2 は 0.63~0.71 である。

(6) 他の核酸分解物 「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験(6)を準用する。

乾燥減量 25.0%以下 (120℃, 4時間)

定量法 本品約 0.5g を精密に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして正確に 1,000 ml とする。この液 10 ml を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 250 ml とし、検液とする。波長 260 nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

5'-グアニル酸二ナトリウム (C₁₀H₁₂N₅Na₂O₈P) の含量

<u>A</u>	<u>250</u>	<u>100</u>
<hr/>		
<u>289.8</u>	試料の採取量 (g)	<u>100</u> 乾燥減量 (%)
<hr/>		
<u>250</u>	<u>A</u>	<u>100(%)</u>
<hr/>		
	乾燥物換算した試料の採取量 (g)	<u>289.8</u>

クエン酸
Citric Acid

	分子量	1 <u>水塩水和物</u>	210.14
C ₆ H ₈ O ₇ · nH ₂ O (n = 1 又は 0)		無水物	192.12
2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate	[5949-29-1, 1 水塩水和物]		210.14
2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate	[5949-29-1, 1 水和水物]		
2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid	[77-92-9, 無水物]		

定義 本品には結晶物 (1 水塩水和物) 及び無水物があり, それぞれをクエン酸 (結晶) 及びクエン酸 (無水) と称する。

含量 本品を無水物換算したものは, クエン酸 (C₆H₈O₇) 99.5%以上を含む。

性状 本品は, 無色透明の結晶, 粒若しくは塊又は白色の粉末で, においがなく, 強い酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 10) は, 酸性である。

(2) 本品は, クエン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下 (0.50g, 比較液 0.005mol/l 硫酸0.50ml)

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

(3) カルシウム 本品1.0gを量り, 水10mlを加えて溶かし, アンモニア試液を加えて中和した後, シュウ酸アンモニウム溶液 (1 → 30) 1 mlを加えるとき, 濁らない。

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

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

(6) イソクエン酸 本品0.5gを量り, 105°Cで3時間加熱し, 冷後, アセトン10mlを加えて溶かし, 検液とする。検液5 μlを量り, 対照液を用いず, ろ紙クロマトグラフィーを行うとき, 一つのスポット以外に他のスポットを認めない。ただし, ろ紙は, クロマトグラフィー用2号を用い, 展開溶媒が約25cm上昇したとき展開をやめ,

十分に風乾した後、クエン酸用ブロモフェノールブルー試液を噴霧する。なお、展開溶媒は、 $\#1$ -ブタノール/ギ酸/水混液(8:3:2)を一夜静置した後、その上層を用いる。

(7) ~~多環多環芳香族炭化水素~~ 本品25gを量り、水30mlを加え、約50℃に加温して溶かす。冷後、紫外吸収スペクトル測定用~~ヘキサン~~ヘキサン20mlずつで3回抽出を行い、それぞれ毎分2,500~3,000回転で約10分間遠心分離する。全~~ヘキサン~~ヘキサン層を合わせ、~~ヘキサン~~ヘキサンを留去して1~2mlとなるまで濃縮する。冷後、紫外吸収スペクトル測定用~~ヘキサン~~ヘキサンを加えて10mlとし、検液とする。検液につき260~350nmの波長範囲の吸光度を測定するとき、0.05以下である。ただし、対照液には試料を除いて同様に操作した液を用いる。

(8) 硫酸呈色物 本品0.5gを量り、硫酸5mlを加え、 $90 \pm 1^\circ\text{C}$ で1時間加熱して溶かした液の色は、比色標準液Kより濃くない。

強熱残分 0.10%以下

水分 結晶物 8.8%以下(0.2g, 直接滴定)

無水物 0.5%以下(2g, 直接滴定)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mlとし、この液25mlを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。さらに、更に無水物換算を行う。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml=6.404mg $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$

クエン酸イソプロピル

Isopropyl Citrate

~~mixture of monoisopropyl ester of 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylic acid and glycerol esters of fatty acids~~

~~Mixture of 1-methylethyl esters of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid and glycerol esters of fatty acids~~

定義 本品は、クエン酸イソプロピル及びグリセリン脂肪酸エステル混合物である。

性状 本品は、無~白色の油状又はろう状の物質で、においがなく、静置するとき、結晶が析出することがある。

確認試験 (1) 本品3gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)50mlを加え、1時間還流し、冷後、硫酸(1→20)で中和した液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。

(2) 本品2gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)50mlを加え、1時間還流した後、蒸留して留液留分20mlを採る。この液5mlを、あらかじめ酸化クロム8g、水15ml

及び硫酸 2 ml を入れた還流冷却器付フラスコに還流冷却器を通じて徐々に加え、30 分間還流する。冷後、蒸留して留液留分 2 ml を採取し、水 3 ml 及び硫酸第二水銀試液 10 ml を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、3 分以内に白～黄色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $30 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0 g を量り、るつぼに入れ、硫酸 2 ml を加えて潤し、徐々に加熱してほとんど灰化した後、放冷する。更に硫酸 1 ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで $450\sim 550^\circ\text{C}$ に強熱する。冷後、残留物に塩酸 2 ml 及び硝酸 0.4 ml を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1 → 10) 2 ml 及び水 30 ml を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、水を加えて 50 ml とし、試料液とする。試料液 25 ml を量り、酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 ml に酢酸 (1 → 20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

(2) 鉛 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下

(1) の試料液 10 ml を量り、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 ml に水を加えて 25 ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。

(3) ヒ素 As_2O_3 として $1.3 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.5 g, 第 3 法, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下

クエン酸一カリウム

Monopotassium Citrate

$\text{C}_6\text{H}_7\text{KO}_7$

分子量 230.2421

~~monopotassium dihydrogen 2-hydroxy-1,2,3-propanecarboxylate~~

~~Monopotassium dihydrogen 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate~~ [866-83-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは、クエン酸一カリウム ($\text{C}_6\text{H}_7\text{KO}_7$) 99.0～101.0% を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及びクエン酸塩 (2) の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 ml)

(2) 液性 pH 3.0～4.2 (1.0 g, 水 20 ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.024% 以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/l 硫酸 0.50 ml)

(4) 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)

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

乾燥減量 0.5% 以下 (105°C , 3 時間)

定量法 本品約0.4gを精密に量り、非水滴定用酢酸30mlを加え、加温して溶かし、冷後、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液1ml）を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1ml=23.022mg $C_6H_7KO_7$

クエン酸三カリウム

Tripotassium Citrate

$C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$

分子量 324.41

~~tripotassium 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylate monohydrate [標準物質866-84-2]~~

~~Tripotassium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate monohydrate [866-84-2, 無水物]~~

含量 本品を乾燥物換算したものは、クエン酸三カリウム ($C_6H_5K_3O_7 = 306.4039$) 99.0~101.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH7.6~9.0 (1.0g, 水20ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.50ml)

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

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

乾燥減量 6.5%以下 (200 $^{\circ}C$, 2時間)

定量法 本品約0.2gを精密に量り、非水滴定用酢酸30mlを加え、加温して溶かし、冷後、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液1ml）を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1ml=10.213mg $C_6H_5K_3O_7$

クエン酸カルシウム

Calcium Citrate

$C_{12}H_{10}Ca_3O_{14} \cdot 4H_2O$

分子量 570.5410

~~Tricalcium bis(2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate) tetrahydrate [E1409]~~
Tricalcium bis(2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate) tetrahydrate [E1409-5、無水物]

含量 本品を乾燥したものは、クエン酸カルシウム ($C_{12}H_{10}Ca_3O_{14} = 498.4413$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を300~400℃で1時間強熱して得た残留物は、カルシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品0.5gに水10ml及び硝酸(1→10)2.5mlを加えて溶かした液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.060%以下

本品5.0gを量り、塩酸10ml及び水50mlを加え、30分間水浴上で加熱した後、水を加えて200mlとし、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。ろ紙上の残留物を熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に300~400℃で1時間強熱し、その重量質量を量る。

(2) 液性 pH ~~5.5~~ 5.5~8.0 (1.0g, 水20ml)

(3) 塩化物 Clとして0.007%以下

本品1.0gを量り、硝酸(1→10)10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.01mol/l塩酸0.20mlに硝酸(1→10)6ml及び水を加えて50mlとする。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)10mlを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.005mol/l硫酸0.50ml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20μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

~~本品1.0gを量り、ろ紙に入れ、450~550℃で1時間強熱する。冷後、残留物に塩酸2ml及び硝酸0.3mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。これに塩酸(1→1)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、フェノール試液を滴加した後、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(6) 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、加熱して溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 10.0~14.0% (150℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, 塩酸(1→4) 10mlを加えて溶かし, 更に水を加えて正確に50mlとし, 検液とし, する。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/L EDTA溶液 1ml = 8.307mg $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$

クエン酸第一鉄ナトリウム

Sodium Ferrous Citrate

クエン酸鉄ナトリウム

~~sodium salt of ferrous 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylate~~
Iron(II) sodium salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

含量 本品は, 鉄(Fe=55.85) 10.0~11.0%を含む。

性状 本品は, 緑白~帯緑黄色の粉末で, においがなく, 弱い鉄味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100) 5mlに塩酸(1→4) 1ml及び新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液(1→10) 0.5mlを加えるとき, 液は, 青色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→100) 5mlにアンモニア水2mlを加えるとき, 液は, 赤褐色を呈するが, 沈殿は生じない。

(3) 本品3gを500~600℃で3時間強熱して得た残留物は, ナトリウム塩の反応を呈する。

(4) 本品0.5gに水5ml及び水酸化カリウム溶液(1→25) 10mlを加え, よくかき混ぜながら10分間水浴中で加熱し, 冷後, ろ過する。ろ液の一部を採取し, 酢酸(1→2)で中和し, 過量の塩化カルシウム溶液(3→40)を加えて煮沸するとき, 白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し, この一部に水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えるとき, 沈殿は溶けないが, 他の一部に塩酸(1→4)を加えるとき, 溶ける。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として0.48%以下

「クエン酸鉄」の純度試験(2)を準用する。

(2) 第二鉄塩 本品2.0gを量り, 共栓フラスコに入れ, 塩酸5ml及び水30mlを加えて溶かし, ヨウ化カリウム4gを加え, 栓をして暗所に15分間放置する。次にデンプン試液2mlを加えてよく振り混ぜるとき, 着色しても, これに0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1.0mlを加えるとき, 色は消える。

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下

「クエン酸鉄」の純度試験(4)を準用する。

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.0μg/g以下

本品1.0gを量り、水10ml、硫酸1ml及び亜硫酸10mlを加え、約2mlになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10mlとする。この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。標準色は、ヒ素標準液4.0mlを量り、水10ml、硫酸1ml及び亜硫酸10mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(5) 酒石酸塩 本品1.0gを量り、水5ml及び水酸化カリウム溶液(1→15)10mlを加え、よくかき混ぜながら10分間水浴中で加熱し、冷後、ろ過する。ろ液5mlを量り、酢酸(1→4)で弱酸性とし、酢酸2mlを加えて24時間放置するとき、白色の結晶性の沈殿を生じない。

定量法 本品約1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、硫酸(1→20)25ml及び硝酸2mlを加え、10分間煮沸する。冷後、水20ml及びヨウ化カリウム4g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=5.585mg Fe

クエン酸鉄

Ferric Citrate

Iron(III) salt of 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylic acid

Iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

含量 本品は、鉄(Fe=55.85)16.5~18.5%を含む。

性状 本品は、褐色の粉末又は赤褐色の透明な小葉片である。

確認試験 本品は、第二鉄塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品1.0gを量り、水20mlを加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO_4 として0.48%以下

本品0.40gを量り、水50mlを加えて溶かし、更に水を加えて100mlとする。この液10mlを量り、塩酸(1→4)1ml及び塩酸ヒドロキシルアミン0.1gを加え、1分間煮沸し、冷後、水を加えて50mlとして検液とする。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。

(3) アンモニウム塩 本品1.0gを量り、水10ml及び水酸化カリウム溶液(1→15)5mlを加えて煮沸するとき、アンモニアのにおいがしない。

(4) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品1.0gを量り、磁製皿に入れ、王水3mlを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→2)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2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次に水層を

ジエチルエーテル40mlずつで2回、更に20mlで1回洗い、洗液を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加えて溶かし、水浴中で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加した後、酢酸(1→20)4mlを加えてよく振り混ぜ、水を加えて50mlとし、必要があればろ過し、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、磁製皿に入れ、硫酸1mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水5ml、硫酸1ml及び亜硫酸10ml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1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、塩酸5ml及び水30mlを加え、加熱して溶かす。冷後、ヨウ化カリウム4g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)。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml=5.585mg Fe

クエン酸鉄アンモニウム

Ferric Ammonium Citrate

~~ammonium iron(III) salt of 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylic acid [1185-57-5]~~
Ammonium iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid [1185-57-5]

含量 本品は、鉄(Fe=55.85)14.5~21.0%を含む。

性状 本品は、緑色、赤褐色、深赤色、褐色又は帯褐黄色で、透明なりん片状結晶、粉末、粒又は塊で、においがなく又はわずかにアンモニア臭があり、弱い鉄味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→10)5mlに水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発し、赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→100)にアンモニア試液を加えるとき、黒色を呈し、沈殿を生じない。

(3) 本品の水溶液(1→10)10mlに水酸化カリウム溶液(1→15)4mlを加えて加熱し、ろ過する。ろ液4mlを採りとり、酢酸(1→4)を加えて微酸性とし、冷後、塩化カルシウム溶液(3→40)2mlを加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として0.48%以下

「クエン酸鉄」の純度試験(2)を準用する。

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

「クエン酸鉄」の純度試験(4)を準用する。

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

本品1.0gを量り、水5ml、硫酸1ml及び亜硫酸10ml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。

(4) クエン酸鉄 本品0.10gを量り、水10mlを加えて溶かし、新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液(1→10)1滴を加えるとき、青色の沈殿を生じない。

定量法 本品約1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水25mlを加えて溶かす。塩酸5ml及びヨウ化カリウム4g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)。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml=5.585mg Fe

クエン酸三ナトリウム

Trisodium Citrate

クエン酸ナトリウム

分子量 2水塩水和物 294.10

C₆H₅Na₃O₇ · nH₂O (n=2又は0)

無水物 258.07

trisodium 2-hydroxy-1,2,3-propanetricarboxylate hydrate [~~2水塩~~6152-04-3] 無水物
~~68-04-2~~

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate dihydrate [6132-04-3] 2水和物

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [68-04-2] 無水物

定義 本品には結晶物(2水塩水和物)及び無水物があり、それぞれをクエン酸三ナトリウム(結晶)及びクエン酸三ナトリウム(無水)と称する。

含量 本品を乾燥したものは、クエン酸三ナトリウム(C₆H₅Na₃O₇)99.0~101.0%を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の粉末で、においがなく、清涼な塩味がある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明(1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH7.6~9.0(1.0g, 水20ml)

(3) 硫酸塩 SO₄として0.024%以下(1.0g, 比較液 0.005mol/l硫酸0.50ml)

(4) 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)

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

乾燥減量 結晶物 10.0～13.0% (180℃, 2時間)

無水物 1.0%以下 (180℃, 2時間)

定量法 本品を乾燥し, その約0.2gを精密に量り, 非水滴定用酢酸30mlを加え, 加温して溶かし, 冷後, 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 1 ml) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑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過塩素酸液 1 ml = 8.602mg $C_6H_5Na_3O_7$

グリシン

Glycine

$C_2H_5NO_2$

分子量 75.07

α-Aminoacetic acid [J56-40-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, グリシン ($C_2H_5NO_2$) 98.5～101.5%を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 甘味がある。

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

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mlに塩酸 (1→4) 5滴及び新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1 mlを加えるとき, 無色のガスを発する。この液5滴を小試験管に入れ, しばらく煮沸し, 次に水浴上で蒸発乾固し, 冷後, 残留物にクロモトロープ酸試液 5～6滴を加え, 水浴中で10分間加熱するとき, 濃紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 水10ml)

(2) 液性 pH5.5～7.0 (1.0g, 水20ml)

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

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

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

乾燥減量 0.30%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約0.15g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 = 7.507mg $C_2H_5NO_2$