

D 成分規格・保存基準各条

(酢酸ゲラニルー氷酢酸)

下線部分は第7版公定書への追加部分、取消線部分は第7版公定書からの削除部分を示す。

酢酸ゲラニル
Geranyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

~~(E)-3,7-Dimethylhept-2,6-dien-1-yl acetate (E)-3,7-dimethyl-2,6-octadiene-1-yl acetate~~

~~[105-87-3]~~

含 量 本品は、酢酸ゲラニル ($C_{12}H_{20}O_2$) 90.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、ゲラニオールのおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$

(2) 比重 0.903 ~ 0.917

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 80 vol% エタノール 4.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

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

0.5 mol/41 エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14 mg $C_{12}H_{20}O_2$

酢酸シクロヘキシル
Cyclohexyl Acetate

$C_8H_{14}O_2$

分子量 142.20

~~Cyclohexyl acetate [622-45-7]~~

含 量 本品は、酢酸シクロヘキシル ($C_8H_{14}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品約 2 ml を蒸発皿に採りとり、これに硝酸 1 ml を加えて水浴中で 20 分間加熱し、更にホットプレート上で炭化しないように注意しながら蒸発乾固する。冷後、水 4 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 0.5 ml を加えて溶かし、更に硝酸 (1 → 10) を加えて微酸性とした後、試験管に移し、硝酸銀溶液 (1 → 50) 1 ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに硝酸 (1 → 10) を加えて強酸性とするとき、沈殿は溶ける。

(2) 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.439 \sim 1.442$

- (2) 比重 0.970~0.973
 (3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)
 (4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。
 0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 71.10mg $C_8H_{14}O_2$

酢酸シトロネリル
 Citronellyl Acetate

$C_{12}H_{22}O_2$ 分子量 ~~198.34~~ 198.30
~~3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl acetate~~ 3,7-dimethyl-6-octen-1-yl acetate [150-84-5]

含量 本品は, 酢酸シトロネリル ($C_{12}H_{22}O_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色透明な液体で, 特有のにおいがある。

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

冷後, 水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.443 \sim 1.451$

- (2) 比重 0.888~0.894
 (3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~7.0~~ 7.0ml)
 (4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1.5gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。
 0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15mg $C_{12}H_{22}O_2$

酢酸シンナミル
 Cinnamyl Acetate

$C_{11}H_{12}O_2$ 分子量 ~~176.22~~ 176.21
~~3-Phenylprop-2-en-1-yl acetate~~ 3-phenyl-2-propenyl acetate [103-54-8]

含量 本品は, 酢酸シンナミル ($C_{11}H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え, 還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱するとき, 特有のにおいはなくなる。冷後, 水 5 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1.2 ml を加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.539 \sim 1.543$

(2) 比重 1.053~1.057

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~6~~→6.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

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

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 88.11mg $C_{11}H_{12}O_2$

酢酸テルピニル

Terpinyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

Mixture of 2-(1-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-yl acetate ((-)-terpinyl acetate),
1-methyl-4-(1-methylphenyl)cyclohexyl acetate (β -terpinyl acetate) and
1-methyl-4-(1-methylsilylidene)cyclohexyl acetate (γ -terpinyl acetate) [8007-35-0]

含量 本品は, 酢酸テルピニル ($C_{12}H_{20}O_2$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で, 特有のにおいがある。

確認試験 本品0.5mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 mlを加え, 還流冷却器を付けて水浴中で1時間加熱するとき, 特有のにおいはなくなり, テルピネオールのおいを発する。冷後, 水 6 ml及び塩酸 (1 → 4) 2 mlを加えた液は, 酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.464 \sim 1.467$

(2) 比重 0.956~0.965

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

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約0.7gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。

ただし, 0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液20mlを使用し, 加熱時間は, 2時間とする。

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg $C_{12}H_{20}O_2$

酢酸ナトリウム

Sodium Acetate

分子量 3水塩水和物 136.08

$C_2H_3NaO_2 \cdot nH_2O$ ($n = 3$ 又は 0) 無水物 82.03

Monosodium acetate trihydrate [6131-90-4, 3水和物]

Monosodium acetate [1227-09-3, 無水物]

~~Hexanatrihydrate [6131-90-4, 6水和物]~~

定 義 本品には結晶物（3水塩水和物）及び無水物があり、それぞれを酢酸ナトリウム（結晶）及び酢酸ナトリウム（無水）と称する。

含 量 本品を乾燥したものは、酢酸ナトリウム（ $C_2H_3NaO_2$ ）98.5%以上を含む。

性 状 結晶物は、無色透明の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の結晶性の粉末又は塊で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を徐々に加熱すると融解し、次に分解してアセトンのにおいを発する。また残留物の水溶液は、アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 結晶物の場合は2.0g, 無水物の場合は1.2gを量り、新たに煮沸し冷却した水20mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加え、この液を10℃に保ち、次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液0.10mlを加えるとき、紅色を呈する。

(ii) 液が紅色ならば、その色は、0.1mol/l塩酸0.10mlを加えるとき、消える。

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

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

乾燥減量 結晶物 36.0~42.0% (120℃, 4時間)

無水物 2.0%以下 (120℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸40mlを加えて溶かし、0.1mol/l過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液1ml）を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/l過塩素酸液1ml=8.203mg $C_2H_3NaO_2$

酢酸ビニル樹脂
Polyvinyl Acetate

~~Poly(1-acetoxyethylene)~~

定 義 本品は、酢酸ビニルの重合物である。

性 状 本品は、無～淡黄色の粒又はガラス状の塊である。

確認試験 本品約1gにトルエン酢酸エチル5mlを加えて溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき、 $1,725\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 $1,015\text{cm}^{-1}$ 、 937cm^{-1} 及び 785cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 遊離酸 CH_3COOH として0.20%以下

本品約2gを精密に量り、メタノール50mlを加え、時々振り混ぜて溶かし、水10mlを加え、0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液4～5滴）。別に空試験を行い補正する。次式によって遊離酸の含量を酢酸（ CH_3COOH ）として計算する。

$$\text{遊離酸の含量} = \frac{0.1\text{mol/l水酸化ナトリウム溶液の消費量 (ml)} \times 60}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10 \times 1,000} \times 100(\%)$$

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

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

(4) 残存モノマー $5\mu\text{g/g}$ 以下

酢酸ビニル樹脂を葉包紙及びラップフィルムで包み、木槌で叩いて細かく砕き、その約2.5gを正確に量り、トルエンを加えて溶解したのち、正確に25mlとし、検液とする。別に酢酸ビニル50mg0.050gを正確に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、A液とする。A液1.0ml, 0.3ml, 0.1ml, 0.03ml及び0.01mlを量り、トルエンを加えて、それぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{l}$ ずつを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。次に標準液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm, 長さ30mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを $5\mu\text{m}$ の厚さでコーティング被覆したもの。

カラム温度 100°C で8分間保持し、その後毎分 20°C で昇温し、 250°C に到達後5分間保持する。

注入口温度 150℃

注入方式 スプリット (8 : 1)

キャリアガス及び流量 ~~ヘリウムを用いる。酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように流量を調整する。~~

流量 酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように調整する。

乾燥減量 1.0%以下 (0.7kPa以下, 80℃, 3時間)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

酢酸フェネチル

Phenethyl Acetate

酢酸フェニルエチル

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

2-Phenylethyl acetate ~~[103-45-7]~~

含 量 本品は、酢酸フェネチル ($C_{10}H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 ml にエタノール製10%水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で20分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

(2) 本品 1 ml に水酸化カリウム 0.5 g を加え、穏やかに沸騰させるとき、スチレンのにおいを発する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.501$

(2) 比重 1.033 ~ 1.037

(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 2.0 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 = 82.10 mg $C_{10}H_{12}O_2$

酢酸ブチル

Butyl Acetate

$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

Butyl acetate ~~[123-86-4]~~

含 量 本品は、酢酸ブチル ($C_6H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、~~β~~-ブタノールのにおいを発する。冷後、水 10 ml 及び塩酸 (1 → 4) 0.5 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.392 \sim 1.395$

(2) 比重 0.880 ~ 0.884

(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 3.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

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

酢酸ベンジル

Benzyl Acetate

$C_9H_{10}O_2$

分子量 ~~150.18~~ 150.17

~~Phenylmethyl acetate [140-11-4]~~

含量 本品は、酢酸ベンジル ($C_9H_{10}O_2$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、温湯中で 20 分開加温するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8 ml 及び塩酸 (1 → 4) 1 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

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

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.504$

(2) 比重 1.055 ~ 1.059

(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 4.0 ml)

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

(5) ハロゲン化合物 香料試験法による。

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5 mol/l エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 75.09 mg $C_9H_{10}O_2$

酢酸 *l*-メンチル
l-Menthyl Acetate
l-酢酸メンチル

$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 ~~198.31~~ 198.30

(1*R*,2*S*,5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylcyclohexyl)acetate

4*R*,5*R*,4*S*)-5-methyl-2-methylcyclohexylacetate [2623-23-6]

含 量 本品は、酢酸 *l*-メンチル ($C_{12}H_{22}O_2$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、清涼感のあるにおいはなくなり、メントールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.445 \sim 1.448$

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -70 \sim -75^\circ$

(3) 比重 0.924 ~ 0.928

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

(5) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、2 時間とする。

0.5 mol/l エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15 mg $C_{12}H_{22}O_2$

酢酸リナリル
Linalyl Acetate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-yl acetate

[115-95-7]

含 量 本品は、酢酸リナリル ($C_{12}H_{20}O_2$) 90.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

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

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.449 \sim 1.457$

- (2) 比重 0.902~0.917
(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~5~~5.0ml)
(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

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

0.5mol/l ~~1~~エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=98.14mg $C_{12}H_{20}O_2$

サッカリン

Saccharin

$C_7H_5NO_3$

分子量 183.19

1,2-Benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide

~~1,2-Benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide~~ [81-07-2]

含量 本品を乾燥したものは, サッカリン ($C_7H_5NO_3$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, におい ~~が~~はないか又はわずかに芳香がある。味は極めて甘い。

確認試験 ~~「サッカリンナトリウム」の確認試験(2)及び(3)を準用する。~~

(1) ~~本品0.02gにレゾルシン0.040gを混和し, 硫酸10滴を加え, 混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後, 水10ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→25)10mlを加えて溶かすとき, 液は, 緑色の蛍光を発する。~~

(2) ~~本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えて溶かし, 穏やかに加熱して蒸発乾固し, 更に炭化しないように注意しながら融解し, アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後, 水約20mlを加えて溶かし, 塩酸(1→10)で中和した後, ろ過し, ろ液に塩化鉄(III)溶液(1→10)1滴を加えるとき, 液は, 紫~赤紫色を呈する。~~

純度試験 (1) 融点 226~230°C

(2) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 熱湯30ml)

無色, 澄明 (1.0g, エタノール35ml)

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下

本品2.0gを量り, エタノール40ml ~~を加えて~~に溶かし, 試料とし, 以下第1法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mlを用いる。

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品5.0gを量り, 分解フラスコに入れ, 硝酸10ml及び硫酸5mlを加えて加熱する。液がなお褐色を呈する場合は, 冷後, 硝酸1mlを追加して加熱する。この操作を液が無~淡黄色となるまで繰り返した後, 白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水10ml及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液15mlを加え, 再び白煙が発生する

まで加熱する。冷後、水を加えて50mlとし、この液5mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。標準色は、ヒ素標準液10mlを量り、分解フラスコに入れ、硝酸10ml及び硫酸5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。ただし、10mlを量り試験に用いる。

(5) 安息香酸及びサリチル酸 本品0.5gを量り、熱湯15mlを加えて溶かし、塩化第二鉄塩化鉄(III)溶液(1→10)3滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6) オルトトルエンスルホンアミド オルトトルエンスルホンアミドとして25 μ g/g以下本品10gを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25)70mlを加えて溶かし、以下「サッカリンナトリウム」の純度試験(6)を準用する。この液を、酢酸エチル30mlずつで3回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液(1→4)30mlで洗い、無水硫酸ナトリウム約10gを加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にナス型フラスコに移す。酢酸エチルを留去し、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、検液とする。別にオルトトルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のカフェインのピーク高さ(H_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H)との比 H/H_s は、比較液のカフェインのピーク高さ(H'_s)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ(H')との比 H'/H'_s を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して3%のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177~250 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3~4mm、長さ1mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 195~205 $^{\circ}$ Cの一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約6分後に現れるように調整する。

乾燥減量 1.0%以下(105 $^{\circ}$ C, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、熱湯75mlを加えて溶かし、冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液3滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1ml = ~~18.310~~ 18.32mg $C_7H_5NO_3$

サッカリンナトリウム

Sodium Saccharin

溶性サッカリン

分子量 2水塩水和物 241.20

$C_7H_4NNaO_3 \cdot nH_2O$ (n=2又は0) 無水物 205.17

~~2-Sodio-1,2-benzol[isotriazol-3(2H)-one 1,1-dioxide dihydrate [6153-57-3, 2水和物]~~

~~2-Sodio-1,2-benzol[isotriazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9, 無水物]~~

~~2-Sodio-1,2-benzol[isotriazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9, 無水物]~~

~~2-Sodio-1,2-benzol[isotriazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9, 無水物]~~

含量 本品を乾燥したものは、サッカリンナトリウム ($C_7H_4NNaO_3$) 99.0 ~101.0 %を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の粉末で、味は極めて甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mlに塩酸 (1→4) 1mlを加えて1時間放置し、生じた白色の結晶性の沈殿をろ過し、ろ紙上の残留物をよく水洗し、105℃で2時間乾燥した後、融点を測定するときものの融点は、226~230℃である。

(2) ~~本品20mgにレゾルシン40mgを混和し、硫酸10滴を加え、混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後、水10ml及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mlを加えて溶かすとき、液は、緑色の蛍光を発する。「サッカリン」の確認試験(1)を準用する。~~

(3) ~~本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mlを加えて溶かし、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約20mlを加えて溶かし、塩酸 (1→10) で中和した後、ろ過し、ろ液に塩化第二鉄溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、紫~赤紫色を呈する。「サッカリン」の確認試験(2)を準用する。~~

(4) 本品の溶液 (1→10) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (粉末1.0g, 水1.5 ml)

無色、澄明 (粉末1.0g, エタノール70ml)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水10mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈さない。更に0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

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

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

(5) 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品0.5gを量り、水10mlを加えて溶かし、酢酸5滴及び塩化第二鉄塩化鉄(III)溶液 (1→10) 3滴を加えるとき、沈殿を生

じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6) オルトトルエンスルホンアミド オルトトルエンスルホンアミドとして25 μ g/g
以下

~~本品10gを量り、水50mlを加えてに溶かし、溶かし、以下「サッカリン」の純度
試験(6)を準用する。酢酸エチル30mlずつで3回抽出を行い、全酢酸エチル層を合
わせ、塩化ナトリウム溶液(1→1)30mlで洗い、無水硫酸ナトリウム約10gを
加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にナス型フラスコに移す。酢酸エチ
ルを留去し、残留物にカフェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて
溶かし、検液とする。別にオルトトルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液(1
→4,000)1.0mlを量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物にカフ
ェイン・酢酸エチル溶液(1→4,000)1.0mlを加えて溶かし、比較液とする。検
液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液
のカフェインのピーク高さ(H_0)とオルトトルエンスルホンアミドのピーク高さ
(H)との比 H/H_0 は、比較液のカフェインのピーク高さ(H'_0)とオルトトルエ
ンスルホンアミドのピーク高さ(H')との比 H'/H'_0 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%のフタル酸ジエチレングリコールポリエステル~~

~~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3～4mm、長さ1mのガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 195～205℃の一定温度~~

~~キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。カフェインのピークが約6分後に現
れるように、カラム温度及びキャリアーガスの流量を調整する。~~

乾燥減量 15.0%以下(120℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、非水滴定用酢酸20mlを加えて溶
かし、0.1mol/l過塩素酸液で滴定する(指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試
液2滴)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を
行い補正する。

0.1mol/l過塩素酸液1ml = ~~20.517~~ 20.52mg $C_7H_4NNaO_3$

サリチル酸メチル
Methyl Salicylate

$C_8H_8O_3$

分子量 152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate [119-36-8]

含 量 本品は、サリチル酸メチル ($C_8H_8O_3$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、~~3,200 cm^{-1} 、1,680 cm^{-1} 、1,618 cm^{-1} 、1,590 cm^{-1} 、1,488 cm^{-1} 、1,305 cm^{-1} 、1,215 cm^{-1} 及び757 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波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 $n_D^{20} = 1.535 \sim 1.538$

(2) 比重 1.183～1.189

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール ~~8.0ml~~)

(4) 酸価 0.5以下 (香料試験法) ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。

定量法 本品約0.9gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 76.07mg $C_8H_8O_3$

酸化マグネシウム
Magnesium Oxide

MgO

分子量 40.30

Magnesium oxide [1309-48-4]

含 量 本品を強熱したものは、酸化マグネシウム (MgO) 96.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は類白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品 1 gに塩酸 (1 → 4) 25mlを加えて溶かした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 2.0%以下

本品2.0gを量り、水100mlを加え、水浴中で5分間加熱した後、直ちにろ過する。冷後、ろ液25mlを量り、水浴中で蒸発乾固する。残留物を105℃で1時間乾燥し、その重量を量る。

(2) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品2.0gを量り、水75mlを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩

酸を滴加した後，5分間煮沸する。冷後，定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し，ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水でよく洗った後，ろ紙と共に強熱し，残留物の重量を量る。

(3) 遊離アルカリ (1)のろ液50mlを量り，メチルレッド試液2滴を加え，0.05mol/l 硫酸2.0mlを加えるとき，液の色は，赤色を呈する。

(4) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

本品1.0gを量り，塩酸（1→4）25mlを加えて溶かし，水浴中で蒸発乾固し，蒸発終了近くに残留物をよくかき混ぜて微粉末にする。これに水20mlを加えて溶かし，同様に蒸発乾固した後，残留物に水20mlを加えて溶かす。必要があればろ過し，酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとし，検液とする。比較液は，鉛標準液2mlを正確に量り，酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとする。

(5) 酸化カルシウム 1.5%以下

定量法のA液50mlを正確に量り，水を加えて300mlとし，酒石酸溶液（1→5）0.6mlを加え，更にトリエタノールアミン溶液（3→10）10ml，水酸化カリウム溶液（1→2）10mlを加え，5分間放置した後，マイクロビューレットを用いて0.01mol/l EDTA溶液で滴定し（指示薬 NN指示薬約0.1g），その消費量をb mlとする。終点は，液の赤紫色が完全に消失して青色となるとし，次式により含量を求める。

$$\text{酸化カルシウム (CaO) の含量} = \frac{b \text{ (ml)} \times 0.5608}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品0.50gを量り，塩酸（1→4）5mlを加えて溶かし，検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 10.0%以下（1,000℃，30分間）

定量法 本品を強熱し，その約0.5gを精密に量り，水5mlで潤し，塩酸10mlと過塩素酸10mlを加え，時計皿でふたをして徐々に加熱し，濃厚な白煙が出始めてから，更に10分間加熱する。冷後，温水約50mlと塩酸（1→2）5mlを加え，少し加熱して直ちに定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し，ろ液に水を加えて正確に500mlとし，A液とする。A液10mlを正確に量り，水を加えて100mlとし，アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液（pH10.7）5mlとエリオクロムブラックT試液2滴を加え，直ちに0.01mol/l EDTA溶液で滴定し，その消費量a mlを求める。終点は，液の赤色が青色となるとし，純度試験(5)で得た消費量b mlを用い，次式により含量を求める。

$$\text{酸化マグネシウム (MgO) の含量} = \frac{(a - 0.2b) \times 2.0152}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

三二酸化鉄
Iron Sesquioxide
三酸化二鉄
ベンガラ

Fe_2O_3

分子量 159.69

Iron(III) oxide [1309-37-1]

含 量 本品は、三二酸化鉄 (Fe_2O_3) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、赤～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品 1 gに塩酸 (1 → 2) 3 mlを加え、加熱して溶かした液は、第二鉄塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 0.75%以下

本品 5.0 gを量り、水 200 ml を加えて 5 分間煮沸する。冷後、水を加えて 250 ml とし、ろ過し、初めのろ液約 50 ml を捨て、残りのろ液 100 ml を正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を、105～110℃で 2 時間乾燥し、その重量質量を量る。

(2) 重金属 Pbとして 40 μg/g以下

本品 1.0 gを量り、磁製皿に入れ、塩酸 (1 → 2) 20 mlを加え、加熱して溶かし、約 1 mlになるまで蒸発濃縮した後、王水 6 mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1 → 2) 5 mlを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿は塩酸 (1 → 2) 5 mlずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40 mlずつで 2 回、次にジエチルエーテル 20 mlを用いて振り混ぜた後、静置放置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 gを加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1 → 2) を滴加し、酢酸 (1 → 20) 4 mlを加えてよく振り混ぜ、必要があればろ過し、水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 4.0 mlに塩酸 (1 → 2) 20 mlを加え、検液の場合と同様に操作して調製する。

(3) ヒ素 As_2O_3 として 2.0 μg/g以下

本品 1.0 gを量り、塩酸 (1 → 2) 30 ml及び硝酸 1 mlを加え、加熱して溶かし、水浴上で蒸発濃縮して約 5 mlとし、水 15 mlを加え、ろ過する。ろ紙上の不溶物は温湯 5 mlずつで 3 回洗い、洗液はろ液に合わせる。この液に、硫酸 1 mlを加え、白煙が発生しなくなるまで蒸発濃縮する。次に亜硫酸 10 mlを加え、約 2 mlになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 5 mlとし、これを検液とする。装置 B を用いる。

定量法 本品約 0.2 gをヨウ素瓶に精密に量り、塩酸 5 mlを加え、水浴上で加温して

溶かし、水25ml及びヨウ化カリウム3gを加え、密栓し、暗所で15分間放置した後、水100mlを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液3mlを加え、生じた青色が脱色するとされるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液 1 ml = ~~7.985~~ 7.984 mg Fe_2O_3

新規指定 次亜塩素酸水

次亜塩素酸ナトリウム

Sodium Hypochlorite

次亜塩素酸ソーダ

NaClO

分子量 74.44

Sodium hypochlorite

含 量 本品は、有効塩素4.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡緑黄色の液体で、塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応(1)及び次亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→25) 4mlにリン酸緩衝液(pH8) 100mlを加えた液は、波長291～294nmに極大吸収部がある。

(3) 本品に赤色リトマス紙を浸すとき、リトマス紙は青変し、次に退色する。

定 量 法 本品約3gを精密に量り、水50mlを加え、ヨウ化カリウム2g及び酢酸(1→4) 10mlを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液)。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = ~~3.5453~~ 3.545 mg Cl

次亜硫酸ナトリウム

Sodium Hydrosulfite

ハイドロサルファイト

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

分子量 174.11

Sodium dithionite [7775-14-6]

含 量 本品は、次亜硫酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、白～~~開ろい~~灰白色の結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mlに硫酸銅溶液 (1→20) 2 mlを加えるとき、液の色は、灰黒色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10mlに過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mlを加えるとき、液の色は直ちに消える。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 微濁

あらかじめホルマリン10mlに水10mlを加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和した液10mlに本品0.50gを量って加えて溶かし、5分間放置し、検液とする。

(2) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

本品5.0gを量り、熱湯30mlを加えて溶かし、塩酸5 mlを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に熱湯15ml及び塩酸5 mlを加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に水を加えて溶かし、~~水~~約20mlとし、ろ過し、水を加えて25mlとし、試料液とする。試料液10mlを量り、酢酸 (1→20) 2 ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2 mlを正確に量り、酢酸 (1→20) 2 ml及び水を加えて50mlとする。

(3) 亜鉛 Znとして80 μg/g以下

(2)の試料液5 mlを量り、アンモニア試液0.1mlを加え、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、水を加えて20mlとし、塩酸 (1→4) 5 ml及び新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1→10) 0.1mlを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、亜鉛標準液8.0mlを量り、ネスラー管に入れ、水を加えて20mlとし、塩酸 (1→4) 5 ml及び新たに調製したフェロシアン化カリウム溶液 (1→10) 0.1mlを加え、15分間放置する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品5.0gを量り、~~水を加えてに~~溶かし、25mlとする。この液5 mlを量り、硫酸1 mlを加え、約2 mlになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10mlとする。この液5 mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

(5) エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 本品0.5gを量り、水5 mlを~~加えてに~~溶かし、クロム酸カリウム溶液 (1→200) 2 ml及び三酸化ヒ素試液2 mlを加えて水浴中で2分間加熱するとき、液は、紫色を呈さない。

(6) ギ酸塩 HCHOとして0.050%以下

本品1.0gを量り、~~水を加えてに~~溶かし、~~水~~1,000mlとする。この液10mlを量り、塩酸 (1→2) 5 mlを加え、次にマグネシウム末約0.3gを少量ずつ加え、泡の発生がほとんど認められなくなった後、時計皿で覆い、2時間放置し、検液とする。この液1 mlを量り、硫酸2 ml及びクロモトロープ酸試液0.5mlを加え、水浴中で10

分間加熱するとき、~~液の色は~~比較液の色より濃くない。比較液は、希ホルムアルデヒド標準液1.0mlを量り、塩酸（1→2）5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

定量法 あらかじめホルマリン10mlに水10mlを加え、水酸化ナトリウム溶液（1→25）で中和した液に本品約2gを精密に量って加え、~~更に~~水を加えて溶かし、~~正確に~~500mlとする。この液25mlを正確に量り、塩酸（1→10）を加えてpH~~を~~1.1～1.5に調整した後、次亜硫酸ナトリウム用0.05mol/lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液）。

0.05mol/lヨウ素溶液 1 ml = 4.353mg $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$

シェラック

Shellac

セラック

定義 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer spp.*) の分泌液から得られた、アレウリチン酸とシェロール酸又はアレウリチン酸とジャロール酸のエステルを主成分とするものである。

本品には、白シェラック及び精製シェラックがあり、ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

白シェラック

性状 本品は、白～淡黄色の顆粒状又は小粒状の細片で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品12gにエタノール60mlを加えて振り混ぜるとき、常温で3時間以内に溶ける。また、本品12gにトルエン60mlを加えて同様に操作するとき、溶けない。ただし、含ロウ品にあつてはロウの微細粒子が分散した溶液となる。

(2) 本品~~50mg~~0.05gを170℃の熱板上で加熱して熔融し、更に続けて加熱するとき、熱重合してゴム状になる。冷後、これにエタノール1mlを加えて振り混ぜるとき、溶けない。

純度試験 (1) 酸価 73～89

本品約1gを精密に量り、中和エタノール50mlを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、30秒間持続する紅色を呈するまで滴定するか、又は電位差計を用いて滴定する。

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

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

~~(4) ロシン 本品2.0gに無水エタノール10mlを加えて溶かし, 振り混ぜながらヘキサン50mlを徐々に加える。この液を200mlの分液漏斗に入れ, 水50mlずつで2回洗い, 上層液を採り, ろ過し, ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物にフェノール/クロロホルム混液(1:2)2mlを加えて溶かし, 滴板のくぼみに入れ, その隣のくぼみに臭素/クロロホルム混液(1:1)を満たし, 直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い, 放置するとき, 残留物を溶かした液は1分開以内に紫色又は青色を呈しない。~~

(5) ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

本品10.0gに炭酸ナトリウム溶液(1→60)150mlを加え, 水浴上で振り混ぜて溶かし, 更に時計皿で覆い, 静置したまま3時間加熱した後, 水で1時間以上冷却する。浮遊するロウをろ取り, ロウ及びろ紙を水で洗った後, ビーカーに入れ, ほとんど水分がなくなるまで65℃以下で乾燥し, ロウをろ紙とともにソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる。ビーカーにはクロロホルム/ヘキサンを適量注ぎ, 加温してロウを溶かし, 先の円筒ろ紙に入れ, クロロホルム/ヘキサンで2時間抽出する。クロロホルム/ヘキサン液を蒸発乾固し, 残留物を105℃で3時間乾燥し, 重量質量を測定する。

~~(45) ロシン 本品2.0gに無水エタノール10mlを加えて溶かし, 振り混ぜながらヘキサン50mlを徐々に加える。この液を200mlの分液漏斗に入れ, 水50mlずつで2回洗い, 上層液を採りとり, ろ過し, ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物にフェノール/クロロホルム混液(1:2)2ml無水酢酸5mlを加えて, 必要があれば水浴上で加温して溶かし, す。滴板のくぼみに入れ, その隣のくぼみに臭素/クロロホルム混液(1:4)を満たし, 直ちに1枚の時計皿で両くぼみを覆い, 放置するとき, 残留物を溶かした液は1分開以内に紫色又は青色を呈しない。溶けた液20mlを比色瓶に移し, 硫酸1滴を加えるとき, 液の色は紫赤色から紫色を経て黄土色への変化を呈さない。~~

乾燥減量 6.0%以下(40℃で4時間乾燥後, デシケーターで15時間乾燥する。)

灰分 1.0%以下

精製シェラック

性状 本品は, 黄~暗褐色の細片で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 「白シェラック」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 酸価 60~80 「白シェラック」の純度試験(1)を準用する。ただし, 終点の確認は, 電位差計を用いる。

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

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

(41) ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

「白シェラック」の純度試験(41)を準用する。

(45) ロシン 「白シェラック」の純度試験(45)を準用する。

乾燥減量 2.0%以下 (40℃で4時間乾燥後, デシケーターで15時間乾燥する。)

灰 分 1.0%以下

ジェランガム

Gellan Gum

ジェラン多糖類

[71010-52-1]

定義 本品は、~~スピリノモナス・スフィンゴモナス属菌~~ (*Sphingomonas elodea*) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、ジェランガム85.0~108.0%を含む。

性状 本品は、類白~類褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 水に溶けて粘りや粘稠な溶液になる。

(2) 本品1gを量り、100mlの水を加えて2時間かき混ぜる。この液の少量をピペットにとり、10%塩化カルシウム溶液に加えるとき、線状のゲルが直ちに生じる。

(3) (2)で得られた液90mlに、塩化ナトリウム0.50gを加え、この液をかき混ぜながら80℃に加熱し、1分間保持した後、かき混ぜずに室温まで放冷するとき、ゲルを生じる。

純度試験 (1) 総窒素 3%以下 (~~1.0g, ケルダール法~~)

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

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

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

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

(4) 2-プロパノール 2-プロパノールとして0.75%以下

(i) 装置 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の装置を準用する。

(ii) 操作法 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の操作法を準用する。ただし、メタノールに関する試験は行わない。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2.5時間)

灰 分 16.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度

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

定量法 あらかじめクロマトグラフィー用ケイソウ土約1.0gを精密に量り、ガラスろ過器(1G3)に加えて均一になるように広げ、105℃で5時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、~~重量質量~~を精密に量る。乾燥した本品約0.2gを精密に量り、水50mlを加え水浴中で攪拌かき混ぜて溶解し、60~70℃に加温した~~イソプロピルアルコール~~~~4-2-プロパノール~~200mlを加えてよくかき混ぜた後、一夜放置する。得られた沈殿を78vol%~~イソプロピルアルコール~~~~4-2-プロパノール~~を用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物を20mlの78vol%~~イソプロピルアルコール~~~~4-2-プロパノール~~で3回洗った後、10mlの78vol%~~イソプロピルアルコール~~~~4-2-プロパノール~~で2回洗う。このガラスろ過器を105℃で一夜乾燥した後、~~重量質量~~を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{ジェランガムの含量} = \frac{\text{残留物の重量質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

β-シクロデキストリン

β-Cyclodextrin

β-サイクロデキストリン

C₄₂H₇₀O₃₅

分子量 ~~4134.99~~1134.98

Cyclomaltoheptaose [7585-39-9]

定義 本品は、~~デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち7個のブドウ糖単位からなる環状オリゴ糖である。~~

含量 本品を乾燥したものは、β-シクロデキストリン(C₄₂H₇₀O₃₅)98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品0.2gにヨウ素試液2mlを加え、水浴中で加温して溶かした後、室温に放置するとき、黄褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$

本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mlとし、30分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明(0.50g, 水50ml)

- (3) 塩化物 Clとして0.018%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/100ml塩酸0.25ml)
- (4) 重金属 Pbとして5.0 μg/g以下 (4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
- (5) 鉛 Pbとして1.0 μg/g以下 (10.0g, 第1法)
- (6) ヒ素 As₂O₃として1.3 μg/g以下 (1.5g, 第2法, 装置B)
- (7) 還元物質 本品を乾燥し, その1.0gを正確に量り, 水25mlを加えて溶かし, フェーリング試液40mlを加え, 3分間穏やかに煮沸する。冷後, 沈殿がなるべくガラスコ内に残るように注意しながら, 上澄液をガラスろ過器 (1G4) を用いてろ過し, 沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い, 洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過するし, ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液20mlを加えて溶かし, これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後, 水洗し, ろ液及び洗液を合わせ, 80℃に加熱し, 0.02mol/100ml過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき, その消費量は3.2 ml以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa, 4時間)

強熱残分 0.10%以下 (550℃)

定量法 本品を乾燥し, その約0.50gを精密に量り, 加熱した水約35mlを加えて溶かし, 冷後, 水を加えて正確に50mlとし, 検液とする。別に定量用β-シクロデキストリンを乾燥し, 約0.7gを精密に量り, 加熱した水約45mlを加えて溶かし, 冷後, 水を加えて正確に50mlとし, 標準液とする。更にこの溶液標準液5mlずつを正確にとり量り, 水を加えてそれぞれ正確に10ml及び20mlとする。更に同様に操作して調製し, 標準液とする。

検液及び3濃度の標準液をそれぞれ10 μlずつを量り, ~~それぞれの液につき~~ 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。~~次にそれぞれの各標準液の~~ β-シクロデキストリンのピーク面積を測定し, 検量線を作成する。この検量線と検液のβ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中のβ-シクロデキストリンの量(g)を求め, 次式により含量を求める。

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9~10 μmのゲル型スルホン化ポリスチレン液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0ml/分の一定量

シクロヘキシルプロピオン酸アリル

Allyl Cyclohexylpropionate

$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

Allyl 3-cyclohexylpropionate [2705-87-5]

含量 本品は、シクロヘキシルプロピオン酸アリル ($C_{12}H_{20}O_2$) 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1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で30分開加熱するとき、特有のにおいはなくなり、アリルアルコールのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波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 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.462$

(2) 比重 0.948~0.953

(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール4.0ml)

(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg $C_{12}H_{20}O_2$