

ソルビタン脂肪酸エステル
Sorbitan Esters of Fatty Acids

定義 本品は、脂肪酸とソルビタンとのエステルである。

性状 本品は、白～黄褐色の粉末、薄片、粒、ろう状の塊又は液体である。

確認試験 (1) 本品0.5gに無水エタノール5mlを加えて加熱して溶かし、硫酸(1→20)5mlを加え、水浴中で30分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を析出する。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル5mlを加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) (1)で油滴又は固体を分離した残りの液2mlを採りとり、新たに調製したカテコール溶液(1→10)2mlを加えて振り混ぜ、更に硫酸5mlを加えて振り混ぜるとき、液は、紅～赤褐色を呈する。

純度試験 (1) 酸価 15以下(油脂類試験法)

(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 As₂O₃として4.0μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) ポリオキシエチレン 本品1.0gを量り、イソオクタンに溶かし、水20mlを加え、加温してよく振り混ぜ、冷後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液10mlを加えてよく振り混ぜる。~~この液にクロロホルム10mlを加え、再び振り混ぜた後、~~放置するとき、~~クロロホルム~~イソオクタン層は、青色を呈さない。

強熱残分 1.5%以下

D-ソルビトール

D-Sorbitol

D-ソルビット

C₆H₁₄O₆

分子量 182.17

~~(2S,3R,4R,5R)-1,2,3,4,5,6-hexanetriol~~

D-Glucitol ~~[50-70-4]~~

含量 本品を乾燥したものは、D-ソルビトール(C₆H₁₄O₆)90.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(7→10)1mlに硫酸第一鉄試液2ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mlを加えるとき、液は、青緑色を呈するが、濁らない。

(2) 本品の水溶液(1→100)1mlに、新たに調製したカテコール溶液(1→10)1mlを加え、よく振り混ぜた後、硫酸2mlを加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤色を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 5 gを量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/l 水酸化ナトリウム溶液 0.5 mlを加えて振り混ぜるとき、液は、30 秒以上持続する紅色を呈する。

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

(3) ニッケル 本品 0.50 gを量り、水 5 mlを加えて溶かし、ジメチルグリオキシム・エタノール溶液 (1 → 100) 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は、紅色を呈さない。

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

(5) 還元糖 ブドウ糖として 0.68% 以下

本品 1.0 gを量り、フラスコに入れ、水 25 mlを加えて溶かし、フェーリング試液 40 ml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。冷後、沈殿がなるべくフ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) でろ過し、ろ液は捨てる。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加えて洗浄し、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら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 20 ml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る。これを 80℃に加熱し、0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液 2.0 mlを加えるとき、液の紅色は直ちに消えない。

(6) 糖類 ブドウ糖として 4.4% 以下

本品 10 gを量り、水 25 mlを加えて溶かし、塩酸 (1 → 4) 8 mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱し、冷後、メチルオレンジ試液を指示薬として水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) で中和する。次に水を加えて 100 mlとし、この液 10 mlを量り、水 10 ml及びフェーリング試液 40 mlを加え、3 分間穏やかに煮沸した後、以下純度試験 (5) を準用する。ただし、0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液の量は 13 mlとする。

乾燥減量 3.0% 以下 (0.7 kPa以下, 80℃, 3 時間)

強熱残分 0.02% 以下 (5 g)

定量法 本品及び定量用 D-ソルビトールを乾燥し、それぞれ約 1 gずつを精密に量り、それぞれに水/プロピレングリコール混液 (1:1) 5 mlずつを正確に量って加える。さらに、水を加えて溶かしてそれぞれ正確に 10 mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μ lずつを正確に量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの液の検液及び標準液の D-ソルビトールとプロピレングリコールのピーク高さ又はのピーク面積 A_1 及び A_2 を測定し、プロピレングリコールのピーク高さ又はピーク面積に対する D-ソルビトールのピーク高さ又はピーク面積比 A_1 及び A_2 を求め、次式により含量を求める。

D-ソルビトール (C₆H₁₄O₆) の含量

$$= \frac{\text{定量用D-ソルビトールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

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

カラム管 内径4~8mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 40~85℃の一定温度

移動相 水

流量 ~~0.2~1.5~~0.5~1.0ml/分の一定量

D-ソルビトール液

D-Sorbitol Syrup

D-ソルビット液

含 量 本品は、D-ソルビトール (C₆H₁₄O₆ = 182.17) 50.0~~~70.0~~75.0%を含む。

性 状 本品は、無色澄明のシロップ状の液体で、冷時には無色の結晶を析出することがある。本品は、においがなく、甘味がある。

確認試験 「D-ソルビトール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 比重 ~~d₄²⁰~~ = 1.285~1.315

(2) 遊離酸 「D-ソルビトール」の純度試験(1)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

「D-ソルビトール」の純度試験(2)を準用する。

(4) ニッケル 「D-ソルビトール」の純度試験(3)を準用する。

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

「D-ソルビトール」の純度試験(4)を準用する。

(6) 還元糖 ブドウ糖として0.68%以下

「D-ソルビトール」の純度試験(5)を準用する。

(7) 糖類 ブドウ糖として6.8%以下

「D-ソルビトール」の純度試験(6)を準用する。ただし、0.02mol/l~~の~~過マンガン酸カリウム溶液の量は20mlとする。

強熱残分 0.02%以下 ただし、本品約5gを精密に量り、硫酸2~3滴を加え、穏や

かに加熱して煮沸し、点火して燃焼させ、冷後、試験を行う。

定量法 本品約1gを精密に量り、以下「D-ソルビトール」の定量法を準用する。

ソルビン酸
Sorbic Acid

$C_6H_8O_2$

分子量 112.13

~~(E,E)-2,4-hexadienoic acid~~

(2E,4E)-Hexa-2,4-dienoic acid [110-44-1]

含量 本品を無水物換算したものは、ソルビン酸($C_6H_8O_2$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の針状結晶又は白色の結晶性の粉末で、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) 本品のアセトン溶液(1→100) 1mlに水1ml及び臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品の~~イソプロピルアルコール~~2-プロパノール溶液(1→400,000)は、252～256nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 融点 132～135℃

(2) 溶状 本品0.20gを量り、アセトン5.0mlを加えて溶かした液の色は、比色標準液Cより濃くない。

(3) 塩化物 Clとして0.014%以下

本品1.50gを量り、水120mlを加え、煮沸して溶かし、冷後、水を加えて120mlとし、ろ過し、ろ液40mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/l塩酸0.20mlを用いる。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.048%以下

(3)のろ液40mlを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/l硫酸0.50mlを用いる。

(5) 重金属 Pbとして10μg/g以下

本品の強熱残分に塩酸1ml及び硝酸0.2mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。これに塩酸(1→4) 1ml及び水15ml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、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20) 2mlを加え、必要があればろ過し、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。

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

水分 0.50%以下 (2.0g, 直接滴定)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約1gを精密に量り, 中和エタノールを加えて溶かし, 正確に100ml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, 無水物換算を行う。

0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液 1ml = ~~11.213~~ 11.21mg $C_6H_8O_2$

ソルビン酸カリウム

Potassiu Sorbate

$C_6H_7KO_2$

分子量 150.22

monopotassium (5E)-2,4-hexadienoate

Monopotassium (2E,4E)-hexa-2,4-dienoate [24634-61-5]

含量 本品を乾燥したものは, ソルビン酸カリウム ($C_6H_7KO_2$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 白~淡黄褐色のりん片状結晶, 結晶性の粉末又は粒で, においがな
いか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) にアセトン1mlを加え, これに塩酸 (1→4) を滴加して弱酸性とした後, 臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき, 液の色は直ちに消える。

(2) 本品は, カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品0.20gを量り, 水5.0~5mlを加えて溶かした液の色は, 比色標準液Fより濃くない。

(2) 遊離アルカリ 本品1.0gを量り, 新たに煮沸し冷却した水20mlを加えて溶かし, フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき, 紅色を呈しても, その色は, 0.05mol/l硫酸0.40mlを加えるとき, 消える。

(3) 塩化物 Clとして0.018%以下

本品1.0gを量り, 水約30mlを加えて溶かし, よく振り混ぜながら硝酸 (1→10) 11mlを加え, ろ過し, 水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 更に水を加えて50mlとし, 検液とする。比較液は, 0.01mol/l塩酸0.50ml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0.038%以下

本品0.50gを量り, 水約30mlを加えて溶かし, よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 3mlを加え, ろ過し, 水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 水を加えて50mlとし, 検液と

する。比較液は、0.005mol/l 硫酸0.40mlに塩酸（1→4）1 ml及び水を加えて50mlとする。

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

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

乾燥減量 1.0%以下（105℃, 3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50mlを加え、0.1mol/l 過塩素酸液で滴定する（指示薬 α-ナフトールベンゼイン試液10滴）。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。

0.1mol/l 過塩素酸液 1 ml = ~~15.022~~ 15.02mg C₆H₇KO₂

タウマチン

Thaumatococin

ソーマチン

定義 本品は、タウマトココス・ダニエリ (*Thaumatococcus daniellii* Beutham) の種子から得られた、タウマチ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、タウマチン94%以上を含む。

性状 本品は、淡黄褐色～灰褐色の粉末又は薄片で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→100）2 mlにニンヒドリン・酢酸試液 2 ml及び硫酸ヒドラジン水溶液（13→25,000）2 mlを加え、水浴中で加熱するとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→100,000）の味は甘い。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (278 nm付近の極大吸収部) = 11.5～13.0

本品約0.1 gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に200mlとし、吸光度を測定する。

(2) アルミニウム Alとして100 μg/g以下

本品約~~2.0~~ 2 gを精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450～550℃で強熱して灰化する。その後、0.2mol/l 塩酸で正確に25mlとし、検液とする。別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて1 ml中にアルミニウム（Al：26.98）2.0～10.0 μgを含むように調製して、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ーム方式の原子吸光度測定法により試験を行い、標準液の吸光度から得た検量線を用いて検液のアルミニウム含量を求める。

光源ランプ アルミニウム中空陰極ランプ

分析線波長 309.3nm

支燃性ガス 亜酸化窒素

可燃性ガス アセチレン

(3) 炭水化物 3.0%以下

本品約0.50gを精密に量り、あらかじめ塩酸を加えてpH3に調整した水に溶かして正確に50mlとする。この液0.10mlを採りとり、システイン・硫酸試液6mlを正確に加え、水浴中で3分間加熱した後、冷水で5分間冷却し、検液とする。別に1ml中にブドウ糖10~100 μ gを含むように薄めた溶液を複数調製し、これらの液0.10mlを採りとり、以下検液の調製と同様に操作して、標準液とする。検液及び標準液につき波長400nmにおける吸光度を測定し、標準液の吸光度から得た検量線を用いて、炭水化物の含量をブドウ糖として求める。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。

(4) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 装置C, 比較液 ヒ素標準液 4.0ml)

乾燥減量 9.0%以下(105℃, 3時間)

強熱残分 2.0%以下

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試験を行い、次式より含量を求める。

タウマチンの含量

$$= \frac{0.1\text{mol/l} \times \text{水酸化ナトリウムの消費量 (ml)} \times \frac{4.4007}{1.401} \times 6.25}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 100(\%)$$

タルク

Talc

定義 本品は、天然の含水ケイ酸マグネシウムを精選したもので、ときに少量のケイ酸アルミニウムを含む。

性状 本品は、白~灰白色の微細な結晶性の粉末で、滑らかな触感を持ち、においが無い。

確認試験 本品0.2gに無水炭酸ナトリウム0.9g及び無水炭酸カリウム1.3gを混和し、白金製又はニッケル製のるつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、熱湯約5mlでビーカーに移し、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、

水浴上で蒸発乾固する。冷後、水20mlを加えて煮沸し、ろ過するとき、ゲル状の物質が残り、ろ液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH7.5~9.5

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時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μm）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、水を加えて100mlとし、これをA液として測定する。

(2) 水可溶物 0.20%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) 塩酸可溶物 2.0%以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→4）20mlを加え、50℃で15分間振り混ぜながら加温し、冷後ろ過する。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、硫酸（1→20）1mlを加えて蒸発乾固し、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40 μg/g以下

本品2.0gを量り、塩酸（1→4）16ml及び水20mlを加えてよく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、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とし、B液とする。B液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に酢酸（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) 水溶性鉄 (1)のA液20mlを量り、塩酸で弱酸性とし、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、液は、青色を呈さない。

(6) 鉛 Pbとして10 μg/g以下

(4)のB液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に塩酸（1→10）を加えて溶かして10mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20ml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。

(7) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品0.50gを量り、硫酸（3→50）5mlを加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、ろ過する。残留物をはじめに硫酸（3→50）5ml、次に水10mlで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 6.0%以下（550℃、恒量）

タール色素の製剤

Preparations of Tar Colors

確認試験 次の表の第1欄に掲げるタール色素の区分に応じ、それぞれ同表の第2欄に掲げる操作を行う。この操作により得られたスポット及びそのタール色素の標準品を用いて同様に操作して得られたスポットについて、両者を比較する。

第 1 欄	第 2 欄
食用赤色 2 号，食用赤色 3 号，食用赤色 40 号，食用赤色 102 号，食用赤色 104 号，食用赤色 105 号，食用黄色 4 号，食用黄色 5 号及び食用青色 2 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.1% 溶液（不溶物がある場合は，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用赤色 106 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.03% 溶液（不溶物がある場合，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用緑色 3 号及び食用青色 1 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を，タール色素として 0.05% 溶液（不溶物がある場合は，毎分 3,000～3,500 回転で遠心分離を行い，不溶物を除去する。）とし，検液としてタール色素試験法中の他の色素 (1) に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は，タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。
食用赤色 2 号アルミニウムレーキ，食用赤色 40 号アルミニウムレーキ，食用黄色 4 号アルミニウムレーキ，食用黄色 5 号アルミニウムレーキ，食用緑色 3 号アルミニウムレ	タール色素のアルミニウムレーキとして 0.5g に対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り，遠心管に入れ，水 50ml を加えてよく振り混ぜた後，毎分 3,000～3,500 回転で約 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し，残留物に水 50ml を加え，よく振り混ぜた後，再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後，残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ (1) に準じて展開を行

一キ及び食用青色1号アルミニウムレーキ	う。タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。
食用赤色3号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第1欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水50mlを加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000~3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50mlを加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に3回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。
食用青色2号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第1欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水50mlを加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000~3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50mlを加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に3回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(4)に準じて展開を行う。タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。

純度試験 (1) ~~ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下~~

~~タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。~~

(2) クロム 色素の含有量が50%を超える場合はCrとして $50 \mu g/g$ 以下、50%以下の場合はCrとして $25 \mu g/g$ 以下

この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について行う。

(2)の試料液及び空試験液5.0mlずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合は10.0mlずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(2)の試験を行う。

(2) 重金属 Pbとして $20 \mu g/g$ 以下

タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の重金属(5)、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中の重金属(3)の試験を行う。

~~(3) クロム 色素の含有量が50%を超える場合はCrとして $50 \mu g/g$ 以下、50%以下の場合はCrとして $25 \mu g/g$ 以下~~

~~この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について~~

~~て行う。~~

~~(2)の試料液及び空試験液5.0mlずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合は10.0mlずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(2)の試験を行う。~~

(43) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu g/g$ 以下

タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。

(4) マンガン 色素の含有量が50%を超える場合はMnとして $50 \mu g/g$ 以下、50%以下の場合はMnとして $25 \mu g/g$ 以下

この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について行う。

(2)の試料液及び空試験液4.0mlずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が50%以下の場合は8.0mlずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(4)の試験を行う。

炭酸アンモニウム

Ammonium Carbonate

含 量 本品は、アンモニア ($NH_3=17.03$) 30.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、アンモニアのにおいがある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)を呈する。また、本品の溶液(1→20)に硫酸マグネシウム試液を加えて加熱するとき、沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明(2.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.004%以下(2.0g, 比較液 0.01mol/l塩酸0.20ml)

(3) 重金属 Pbとして $10 \mu g/g$ 以下

本品2.0gを量り、水浴上で揮散させ、残留物に酢酸(1→20)1mlを加え、水浴上で蒸発乾固する。その残留物に酢酸(1→20)2mlを加えて溶かし、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。

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

強熱残分 0.01%以下(10g)

定 量 法 あらかじめ水約30mlを入れて精密に垂量質量を量った共栓フラスコに本品約2.5gを量って入れた後、その垂量質量を精密に量り、250mlのメスフラスコに移し、水を加えて正確に250mlとする。この液25mlを正確に量り、0.1mol/l塩酸50mlを正確に量って徐々に加え、過量の塩酸を0.1mol/l水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指

示薬 ブロモフェノールブルー試液 4～5 滴)。

0.1mol/ℓ 塩酸 1 ml = ~~1.7031~~ 1.703mg NH₃

炭酸カリウム

Potassium Carbonate

K₂CO₃

分子量 138.21

Potassium carbonate ~~[584-08-7]~~

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸カリウム (K₂CO₃) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品の水溶液 (1→10) は、カリウム塩の反応及び炭酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.053%以下

本品0.20gを量り、硝酸 (1→10) 3 mlを加えて煮沸し、冷後、試料液とする。比較液には0.01mol/ℓ 塩酸0.30mlを用いる。

(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下

本品1.0gを量り、水 2 ml及び塩酸 (1→4) 6 mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸 (1→20) 2 ml及び水約30mlを加えて溶かし、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2 mlを正確に量り、酢酸 (1→20) 2 ml及び水を加えて50mlとする。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

本品2.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩酸 2 mlを徐々に加えた後、水を加えて20mlとする。この液 5 mlを量り、検液とする。装置 Bを用いる。

乾燥減量 5.0%以下 (180℃, 4時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約 1 gを精密に量り、水25mlを加えて溶かし、0.25mol/ℓ 硫酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 3 滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.25mol/ℓ 硫酸 1 ml = ~~34.551~~ 34.55mg K₂CO₃

炭酸カルシウム

Calcium Carbonate

CaCO₃

分子量 100.09

Calcium carbonate ~~[471-34-1]~~

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム (CaCO_3) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 本品1gに水10ml及び酢酸(1→4)7mlを加えるとき、泡立って溶ける。

この液を煮沸した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.20%以下

本品5.0gを量り、水10mlを加え、かき混ぜながら徐々に塩酸12mlを滴加し、更に水を加えて全量を200mlとする。この液を定量分析用ろ紙(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熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その重量質量を量る。

(2) 遊離アルカリ 本品3.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水30mlを加え、3分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液20mlを量り、フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき、紅色を呈しても、その色は、0.1mol/l塩酸0.20mlを加えるとき消える。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)8mlを加えて溶かし、水を加えて約20mlとし、振り混ぜながら、わずかに白濁を生じるまでアンモニア試液を滴加し、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0%以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→10)30mlを徐々に加えて溶かし、煮沸して二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム溶液(1→25)60mlを加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mlとし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液50mlを量り、硫酸0.5mlを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その重量質量を量る。

(5) バリウム Baとして0.030%以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)8mlを加えて溶かし、水を加えて20mlとし、検液とする。検液に酢酸ナトリウム2g、酢酸(1→20)1ml及びクロム酸カリウム溶液(1→20)0.5mlを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の呈する濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mlに水を加えて20mlとし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(6) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水1mlで潤し、塩酸(1→4)4mlを加えて溶かし、これを検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 2.0%以下(200℃, 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に徐々に加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとし、検液としする。カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/EDTA溶液 1 ml = 5.004mg CaCO₃

炭酸水素アンモニウム

Ammonium Bicarbonate

重炭酸アンモニウム

~~NH₄HCO₃~~

分子量 79.06

~~monoammonium hydrogen carbonate~~

~~Ammonium hydrogencarbonate~~ [1066-33-7]

含 量 本品は、アンモニア (NH₃ = 17.03) 20.0~30.0%を含む。

性 状 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、アンモニアのにおいがある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

「炭酸アンモニウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) 塩化物 Clとして0.004%以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下

「炭酸アンモニウム」の純度試験(4)を準用する。

強熱残分 0.01%以下 (10g)

定 量 法 「炭酸アンモニウム」の定量法を準用する。

0.1mol/塩酸 1 ml = ~~1.7031~~ 1.703mg NH₃

炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate

重炭酸ナトリウム

重炭酸ソーダ

NaHCO₃

分子量 84.01

~~monosodium hydrogen carbonate~~

~~Sodium hydrogencarbonate~~ [144-55-8]

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸水素ナトリウム (NaHCO₃) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は結晶塊である。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.021%以下

本品0.50gを量り、硝酸(1→10) 5mlを加えて煮沸し、冷後、試料液とする。比較液には0.01mol/l塩酸0.30mlを用いる。

(3) 炭酸塩 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水20mlを注意しながら加え、15℃以下の温度で水平に揺り動かして溶かす。この液に0.1mol/l塩酸2.0mlを加え、次にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき、直ちに紅色を呈さない。

(4) アンモニウム塩 本品1.0gを量り、加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

(5) 重金属 Pbとして10μg/g以下

本品2.0gを量り、水5ml及び塩酸(1→4) 20mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸(1→20) 2.0ml及び水約30mlを加えて溶かし、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

本品0.50gを量り、水3ml及び塩酸2mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 0.25%以下(4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約2gを精密に量り、水25mlを加えて溶かし、0.5mol/l硫酸で滴定する(指示薬 プロモフェノールブルー試液3滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.5mol/l硫酸 1ml = 84.01mg NaHCO₃

炭酸ナトリウム

Sodium Carbonate

結晶物：炭酸ソーダ

無水物：ソーダ灰

分子量 ~~1 水塩水和物~~ 124.00
Na₂CO₃ · nH₂O (n = 1 又は 0) 無水物 105.99

Sodium carbonate monohydrate [5968-11-6, 1 水和物]

Sodium carbonate [497-19-8, 無水物]

~~無水物 [497-19-8]~~

定 義 本品には、結晶物（~~1 水塩水和物~~）及び無水物があり、それぞれを炭酸ナトリウム（結晶）及び炭酸ナトリウム（無水）と称する。

含 量 本品を乾燥したものは、炭酸ナトリウム（Na₂CO₃）99.0%以上を含む。

性 状 結晶物は、白色の結晶性の粉末又は無～白色の結晶塊であり、無水物は、白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)及び(3)を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、わずかに微濁 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.35%以下

本品0.5gを量り、硝酸（1→10）6mlを加えて煮沸し、冷後、水を加えて100mlと~~す~~する。この液10mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/l塩酸0.50mlを用いる。

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下

本品1.0gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩酸（1→4）7.5mlを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸（1→20）2ml及び水30mlを加えて溶かし、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸（1→20）2ml及び水を加えて50mlとする。

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

乾燥減量 17.0%以下（105℃, 4時間）

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、水50mlを加えて溶かし、0.5mol/l塩酸で滴定する（指示薬ブロモフェノールブルー試液3滴）。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.5mol/l塩酸 1 ml = ~~26.497~~ 26.50mg Na₂CO₃

炭酸マグネシウム
Magnesium Carbonate

含量 本品は、酸化マグネシウム ($MgO=40.30$) として40.0~44.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末又はもろい塊である。

確認試験 本品0.2gに塩酸(1→4) 3mlを徐々に加えるとき、泡立って溶ける。この液にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品1.0gを量り、塩酸(2→3) 10mlを加えて溶かし、更に水10mlを加え、検液とする。

(2) 水可溶物 1.0%以下

本品2.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水100mlを加え、かき混ぜながら5分間煮沸し、冷後ろ過し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとする。この液50ml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。

(3) 重金属 Pbとして30 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4) 10mlを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に水約40mlを加えて溶かし、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3.0mlに酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。

(4) 酸化カルシウム CaO として0.60%以下

本品0.600gを正確に量り、水35ml及び塩酸(1→4) 6mlを加えて溶かし、更に水250ml及び酒石酸溶液(1→5) 5mlを加える。この液にトリエタノールアミン溶液(3→10) 10ml及び水酸化カリウム溶液(1→2) 10mlを加え、5分間放置した後、0.01mol/l EDTA溶液で滴定し(指示薬 NN指示薬0.1g)、酸化カルシウムの含量を求める。終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/l EDTA溶液 1 ml = 0.5608mg CaO

(5) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下

本品0.50gを量り、水1.5mlで潤し、塩酸(1→4) 3.5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

定量法 本品0.400gを正確に量り、水10ml及び塩酸(1→4) 3.5mlを加えて溶かし、水を加えて正確に500mlとする。この液25mlを正確に量り、水50ml及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7) 5mlを加え、0.01mol/l EDTA溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g)。別に空試験を行い補

正して消費量 a ml を求め、更に純度試験(4)で得た 0.01mol/l EDTA 溶液消費量を b ml とし、次式により含量を求める。

$$\text{酸化マグネシウム (MgO) の含量} = \frac{(a - 0.033b) \times 0.8061}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

ダンマル樹脂

Dammar Resin

定 義 本品は、フタバガキ科サラノキ属 (*Shorea* spp.) 又はホハア属 (*Hopca* sp.)、若しくはナンヨウスギ科ナンヨウスギ属 (*Agathis* spp.) の植物の分泌液から得られた、樹脂と多糖類を主成分とするものである。本品は、ダンマル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、粗製のものと同精製したものがあり、粗製のものとは白～黄又は茶色の不規則な形の粉末、片又は塊であり、精製したものは白～淡黄色の粉末、片又は塊である。

確認試験 (1) ~~本品の粉末~~粉末とした本品 1 g に水 100 ml を加えるとき、溶解せず、しない。粉末とした本品 1 g にトルエン 9 ml を加えるとき、ほとんど溶解する。

(2) ~~本品の粉末~~粉末とした本品をクロロホルム/トルエンに溶かした溶液 (1 → 10) を調製し、検液とする。検液 2 μl を量り、対照液を用いず、ジエチルエーテル/ヘプタン混液 (6 : 5) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、硫酸を噴霧し、105℃で10分間加熱するとき、Rf 値が 0.7 付近及び 0.8 付近にスポットを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 105℃で2時間乾燥したものを使用し、する。展開溶媒の先端が約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、硫酸を噴霧し、105℃で10分間加熱する。

純度試験 (1) 酸価 20～40

本品の粉末約 1.0 g を精密に量り、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 軟化点 86～100℃

(i) 装置

概略は、図 1～5 による。

(装置図 1～5 は省略する。)

A : 鋼球 (径 9.5 mm, 重さ 3.5 g)

B : 環 (黄銅製で、その概略は、図 2 による)

C : 環の支持板 (金属製で、その概略は、図 3 による)

- D : 底板 (その概略は, 図 4 による。対流孔 J を 40 個もつ)
 E : 定置板 (その概略は, 図 5 による)
 F : 温度計 1 号 (その水銀球の中心が, 環の支持板 C の下面と同じ高さになるようにする)
 G : ガラス容器 (内径 85mm 以上, 高さ 127mm 以上)
 H : 環の支持孔
 I : 温度計の水銀球のはいる穴
 J : 対流孔 (径約 4 mm)

(ii) 操作法

本品をできるだけ低温で速やかに融解し, 平らな金属板の上に置いた環の中に泡ができないように注意して満たす。冷後, わずかに加熱した小刀で環の上端を含む平面から盛り上がった部分を切り取る。ガラス容器 G の中に支持器を入れ, あらかじめ沸騰させてから冷却した水を深さ 90mm 以上になるまで注ぐ。次に, 鋼球 A 及び試料を満たした環を互いに接触しないようにして水中に浸し, 20℃ で 15 分間保つ。その後, 環中の試料面の中央に鋼球をのせ, これを支持器上の定位置に置く。環上端から水面までの距離を 50mm に保ち, 温度計を置き, 温度計の水銀球の中心を環の中心と同じ高さとし, 容器を加熱する。加熱に用いるブンゼンバーナーの炎は, 容器の底の中心と縁との中間にあたるようにし, 40℃ に加熱後の水温の上昇割合は, 毎分 $5.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$ とする。試料が軟化して環から流れ落ち, 底板に接触するときの温度を測定する。ただし, 測定は 2 回以上行い, その平均値を軟化点とする。

(3) ヨウ素価 10~40

~~本品の粉末粉末とした本品約 4.01 g を精密に量り, ガラス容器に入れる。この容器を 500ml の共栓フラスコ中に入れ, 4.0 ml のヨウ素ホルムトルエン 10ml を加えて溶かし, 正確にウイス試液 25 ml を加えよく混和する。溶液が澄明にならないときは, 4.0 ml のヨウ素ホルムトルエンを更に追加して澄明にした後, 密栓して遮光し, 20~30℃ で時々振り混ぜて 30 分間放置する。その後, ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20ml 及び水 100ml を加えて振り混ぜ, 遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬: デンブレン試液 1ml)。別に空試験を行い, 次式によりヨウ素価を求める。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験と同様に操作する。~~

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a - b) \times 1.269}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

~~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 : 試料を用いたときの 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (ml)~~

(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) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下 (1.0g, 第1法)

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

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 18時間)

灰分 0.5%以下

チアベンダゾール

Thiabendazole

C₁₀H₇N₃S

分子量 201.25

~~2-(1,3-thiazol-4-yl)-1H-benzimidazole~~

~~2-(1,3-thiazol-4-yl)-1H-benzimidazole [148-79-8]~~

含量 本品を乾燥したものは, チアベンダゾール (C₁₀H₇N₃S) 98.0~101.0%
を含む。

性状 本品は, 白~類白色の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品5mgに塩酸(1→100)5mlを加えて溶かし, 更に塩酸パラフェニレンジアミン3mgを加えて溶かし, 次に亜鉛末約~~100mg~~0.1gを加え, 2分間放置するとき, 硫化水素のにおいがする。これに硫酸第二鉄アンモニウム・硫酸試液0.5mlを加えるとき, 液は, 青~青紫色を呈する。

(2) 本品5mgに塩酸(1→100)1,000mlを加えて溶かした液は, 波長298~306nm及び239~247nmに極大吸収部があり, 波長254~262nmに極小吸収部がある。

純度試験 (1) 融点 296~303℃ (分解)

(2) 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)

乾燥減量 0.50%以下 (減圧, 24時間)

強熱残分 0.20%以下

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10mlを加え, 加温して溶かす。冷後, 無水酢酸50ml及び非水滴定用酢酸第二水銀試液1mlを加えた後, 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1ml)。終点は, 紫色から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 = ~~20.125~~ 20.12mg C₁₀H₇N₃S

チアミン塩酸塩

Thiamine Hydrochloride

ビタミンB₁塩酸塩

$C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$

分子量 337.27

3-(4-~~A~~amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride ~~67-03-8~~

含 量 本品を無水物換算したものは、チアミン塩酸塩 ($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白~帯黄白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で、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) 本品の水溶液 (1→500) 1 mlに酢酸鉛試液 1 ml及び水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mlを加えるとき、液は、黄色となり、水浴上で加温するとき、褐色に変わり、更に放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 5 mlに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2.5 ml及び新たに調製したフェリシアン化カリウム溶液 (1→10) 0.5 mlを加えた後、~~イソブチルアルコール~~ ~~2-メチル-1-プロパノール~~ 5 mlを加え、2分間強く振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、~~イソブチルアルコール~~ ~~2-メチル-1-プロパノール~~層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性にすると再び現われる。

(3) 本品は、塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品1.0gを量り、水を加えて溶かし、~~10~~10 mlとした液は、澄明で、その色は $\frac{1}{60}$ mol/l ~~1~~重クロム酸カリウム溶液1.5 mlを量り、水を加えて1,000 mlとした液の色より濃くない。

(2) 液性 pH2.7~3.4 (1.0g, 水100ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.011%以下 (1.5g, 比較液 0.005 mol/l ~~1~~硫酸0.35 ml)

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

水分 5.0%以下 (0.50g, 直接滴定)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品及びチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約0.1gずつを精密に量り、それぞれを移動相と同一組成の液に溶かし、正確に50 mlとする。この液10 mlずつを正確に量り、それぞれに安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→50) 5 mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて50 mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 μ 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。~~それぞれの液~~検液及び標準液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比、 Q_T 及び Q_S を求め、次式によ

り含量を求める。

チアミン塩酸塩 ($C_{12}H_{17}ClN_4OS \cdot HCl$) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \times Q_T}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \times Q_S} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 紫外線吸光検出器光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5~10 μ mの化合結合型オクタデシルシラン液体クロマトグラフ
用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径約 4 mm, 長さ15~30cmのステンレス管

カラム温度 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.1gを酢酸 (1 \rightarrow 100) 1,000mlに溶かし, この液600mlにメタノール/アセトニトリル混液 (3:2) 400mlを加える。

流量 チアミンの保持時間が約12分になるように調整する。

チアミン硝酸塩
Thiamine Mononitrate
ビタミンB₁硝酸塩

C₁₂H₁₇N₅O₄S 分子量 327.36
3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
mononitrate [532-43-4]

含 量 本品を乾燥したものは、チアミン硝酸塩 (C₁₂H₁₇N₅O₄S) 98.0~102.0%
を含む。

性 状 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においが無いか又はわず
かに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH6.5~8.0 (1.0g, 水50ml)

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

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

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品を乾燥したもの及びチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸
塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gずつを精密に量り、以下「チアミ
ン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

チアミン硝酸塩 (C₁₂H₁₇N₅O₄S) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad Q_S} \times 0.9706 \times 100 (\%)$$

チアミンセチル硫酸塩
Thiamine Dicetylsulfate
ビタミンB₁セチル硫酸塩

C₄₄H₈₄N₄O₉S₃ · H₂O 分子量 ~~927.39~~ 927.37
3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
dihexadecylsulfatedicetylsulfate monohydrate

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンセチル硫酸塩 (C₄₄H₈₄N₄O₉S₃ · H₂O)

96.0～102.0%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、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに塩化カリウム・塩酸試液20mlを加え、約30分間穏やかに煮沸し、冷後ろ過する。ろ液1mlに酢酸鉛試液1ml及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mlを加えるとき、液は、黄色となり、水浴上で加温すると褐色に変わり、更に放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) (1)のろ液1mlに水酸化ナトリウム溶液(1→50)5ml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を加えた後、~~イソブチルアルコール~~2-メチル-1-プロパノール5mlを加え、2分間強く振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、~~イソブチルアルコール~~2-メチル-1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性にすると再び現われる。

(3) 本品1gに水30ml及び塩酸15mlを加え、還流冷却器を付けて約4時間煮沸する。冷後、ジエチルエーテル15mlずつで2回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせて水洗した後、水浴上でジエチルエーテルを蒸発させて除く。残留物を100℃で15分間乾燥した後、冷却し、融点を測定するとき、46～56℃である。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

本品0.25gを量り、水30mlを加えてよく振り混ぜ、10分間放置した後、硝酸(1→10)6mlを加えて溶かし、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、0.01mol/l塩酸0.40mlに硝酸(1→10)6ml及び水を加えて50mlとする。

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

乾燥減量 2.0%以下(24時間)

強熱残分 0.30%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.14gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し、冷後ろ過し、水50mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1,000)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.05gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液(1→1,000)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned}
 & \text{チアミンセチル硫酸塩 (C}_{44}\text{H}_{84}\text{N}_4\text{O}_9\text{S}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量} \\
 & \text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T \\
 = & \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{Q_S} \times \frac{2.749750}{2.749750} \times 100 (\%)
 \end{aligned}$$

チアミンチオシアン酸塩
Thiamine Thiocyanate
ビタミンB₁ロダン酸塩

C₁₃H₁₇N₅O₂S₂ · H₂O 分子量 ~~341.46~~ 341.45
3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
thiocyanate monohydrate ~~水和物~~ [130131-60-1] ~~1水和物~~

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンチオシアン酸塩 (C₁₃H₁₇N₅O₂S₂ · H₂O = 323.44) 98.0~102.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品の飽和溶液は、チオシアン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

本品0.25gを量り、水1.5ml、硝酸アンモニウム0.3g及び水酸化ナトリウム溶液(2→5)0.9mlを加えた後、振り混ぜながら過酸化水素3mlを徐々に滴加する。次に時々振り混ぜながら30分間水浴上で加熱し、冷後、硝酸(2→3)3ml及び水を加えて50mlとする。これにデキストリン溶液(1→50)0.1ml及び硝酸銀溶液(1→50)0.5mlを加えて5分間放置するとき、この液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、0.01mol/l塩酸0.40mlを量り、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

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

乾燥減量 6.0%以下(105℃, 2時間)

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、塩酸(1→10,000)を加えて溶かして正確に200mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール液(1→50)5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて50mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gを精密に量り、以下検液と同様に調製して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

$$= \frac{\text{チアミンチオシアン酸塩 (C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{OS}_2) \text{ の含量}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}{Q_s} \times 0.9590 \times 100 (\%)$$

チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩
 Thiamine Naphthalene-1,5-Disulfonate
 チアミンナフタリン-1,5-ジスルホン酸塩
 ビタミンB₁ナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩

C₂₂H₂₄N₄O₇S₃ · H₂O 分子量 ~~570.67~~ 570.66

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
 5-naphthalene-1,5-disulfonate monohydrate

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C₂₂H₂₄N₄O₇S₃ ~~· H₂O~~ = 552.65) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の微細な結晶性の粉末で、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) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品 ~~10mg~~ 0.01g に塩酸 (1→10,000) 100ml を加えて溶かす。この液 5 ml に塩酸 (1→10,000) を加えて 100ml とした液は、波長 225~227nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 塩化物 Cl として 0.057% 以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

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

乾燥減量 5.0% 以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.16g を精密に量り、塩酸 (1→1,000) 30ml を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 50ml とする。この液 10ml を正確に量り、塩酸 (1→1,000) 50ml を加えた後、メタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 25ml を正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→200) 5ml を正確に加えた後、水を加えて 50ml とし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 0.1g を精密に量り、塩酸 (1→1,000) に溶かして正確に 50ml とする。以下検液と同様に調製して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

$$\frac{\text{チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_7\text{S}_3) \text{ の含量}}{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g) } Q_T} \times \frac{\text{試料の採取量 (g) } Q_S}{\text{ }} \times 1.63460 \times 100 (\%)$$

チアミンラウリル硫酸塩

Thiamine Dilaurylsulfate

ビタミンB₁ラウリル硫酸塩

C₃₆H₆₈N₄O₉S₃ · H₂O

分子量 ~~845.17~~ 815.16

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium
dodecylsulfatedilaurylsulfate monohydrate

含 量 本品を乾燥したものは、チアミンラウリル硫酸塩 (C₃₆H₆₈N₄O₉S₃ · H₂O) 98.0~102.0%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、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(3)を準用する。ただし、その融点は、20~28℃である。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

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

乾燥減量 2.0%以下 (24時間)

強熱残分 0.30%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.12gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し、冷後ろ過し、水50mlで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→1,000) 5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。) 約0.05gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、安息香酸メチルのメタノール溶液 (1→1,000) 5mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量

を求める。

$$\begin{aligned} & \text{チアミンラウリル硫酸塩 (C}_{36}\text{H}_{68}\text{N}_{4}\text{O}_{9}\text{S}_{3} \cdot \text{H}_{2}\text{O}) \text{ の含量} \\ & \text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)} \quad Q_T \\ = & \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2.41769 \times 100 (\%) \end{aligned}$$