

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

定義 本品は、主としてステアリン酸及びパルミチン酸のマグネシウム塩である。

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

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

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

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

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

(2) 塩化物 Cl として 0.10% 以下

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

(3) 硫酸塩 SO₄ として 1.0% 以下

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

(4) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下

本品 1.0g をとり、初めは弱く加熱し、次に約 500±25℃ で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2ml を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20ml 及び希酢酸 2ml を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50ml とする。~~これをし、~~検液と~~し、~~試験を行う。比較液は塩酸 2ml を水浴上で蒸発し、~~これに~~希酢酸 2ml、鉛標準液 2.0ml 及び水を加えて 50ml と

する。

(5) ステアリン酸・パルミチン酸含量比

本品約 0.1g を精密に量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0ml を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。冷却器からヘプタン 4.0ml を加え、約 10 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム溶液 20ml を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層を、あらかじめヘプタンで洗った約 0.1g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1.0ml を 10ml のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて正確に 10ml とし、振り混ぜ、検液とする。検液 1 μl につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A_a 及び得られた全ての脂肪酸エステル~~の~~のピーク面積 A_b (検出した全てのピーク面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率 (%) を求める。

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

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径約 0.32mm、長さ約 30m の石英製カラムの内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール 15,000-ジエポキシドを 0.5 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 70℃で約 2 分間保持し、その後毎分 5℃昇温し、240℃に到達後、5 分間保持する。

注入口温度 220℃付近の一定温度

注入方式 スプリットレス

~~検出器温度 260℃付近の一定温度~~

~~キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。ステアリン酸メチルの保持時間が約 32 分になるように調整する。~~

~~流量 ステアリン酸メチルの保持時間が約 32 分になるように調整する。~~

~~面積測定範囲 溶媒のピークの後ろからステアリン酸メチルの保持時間の約 1.5 倍~~

【検出】

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

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

0.1mol/1 EDTA 溶液 1 ml = 2.43105mg Mg

2, 3, 5, 6-テトラメチルピラジン

2, 3, 5, 6-Tetramethylpyrazine

$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.20

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

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

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

性 状 本品は、白色の結晶又は粉末で、特有のにおいがある。

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

純度試験 融点 85~90℃

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

2, 3, 5-トリメチルピラジン

2, 3, 5-Trimethylpyrazine

$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

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

~~2,3,5-Trimethyl-1,4-diazine (14667-55-1)~~

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

性 状 本品は、無～黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

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

純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.500 \sim 1.509$

(2) 比重 $d_4^{20} = 0.960 \sim 0.990$ ~~(25°C)~~

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

ビオチン

Biotin

$C_{10}H_{16}N_2O_3S$

分子量 244.31

~~5-[(3a*S*,4*S*,6a*R*)-2-oxohexahydrothieno[3,4-*d*]imidazol-4-yl]pentanoic acid [58-85-5]~~

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

含 量 本品を乾燥したものは、ビオチン ($C_{10}H_{16}N_2O_3S$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

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

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,315\text{cm}^{-1}$ 、 $1,708\text{cm}^{-1}$ 、 $1,687\text{cm}^{-1}$ 、 $1,481\text{cm}^{-1}$ 、 $1,320\text{cm}^{-1}$ 及び $1,274\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収を認める。

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

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

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

(4) ヒ素 As_2O_3 として $2.8\mu\text{g/g}$ 以下

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

(5) 類縁物質

本品 0.10g を量り、アンモニア水 (7→100) を加えて溶かし、正確に 10ml とし、検液とする。検液 1 ml を正確に量り、アンモニア水 (7→100) を加えて正確に 500ml とし、標準液とする。検液及び標準液 $5\mu\text{l}$ につき、~~n~~-ブタノール/水/酢酸混液 (5 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、更に 105°C で 30 分間乾燥した後、*p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒド・エタノール溶液 (1→500) 硫酸・エタノール溶液 (1→50) 混液 (1 : 1) を均等に噴霧するとき、一つの赤色のスポットを認めるか、又は他のスポットを認めても標準液から得たスポットより濃くない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シ

リカゲルを 110℃で1時間乾燥したものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10mm の高さには昇したとき展開を止め、風乾し、更に 105℃で 30 分間乾燥した後、ジメチルアミン・ピコリン酸・ピコリン酸のメタノール溶液 (1→50) 及び硫酸のメタノール溶液 (1→50) の混液 (1→1) を均等に噴霧する。

乾燥減量 0.50%以下 (105℃, 4時間)

強熱残分 0.10%以下

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

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

ヒドロキシプロピルセルロース

Hydroxypropyl Cellulose

~~Cellulose hydroxypropyl ether~~

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

定 義 本品は、セルロースのヒドロキシプロピルエーテルである。

含 量 本品を乾燥させたものは、ヒドロキシプロポキシ基 ($-OC_3H_6OH$) 80.5%以下を含む。

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

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

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

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

(2) プロピレンクロロヒドリン 1.0 μg/g 以下

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

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 230℃

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

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

注入口温度 150℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス及び流量 窒素を用いる

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

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

乾燥減量 5.0% 以下 (105°C, 4 時間)

強熱残分 0.50% 以下

定量法 (1) 装置 分解瓶: 5 ml のガラス製耐圧ねじ口瓶で, 底部の内側が円すい状となっており, 外径 20mm, 首部までの高さが 50mm, 高さ約 30mm までの容積が 2 ml で, 栓は耐熱性樹脂製, 内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの

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

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

ヒドロキシプロポキシ基 ($-\text{OC}_2\text{H}_4\text{OH}$) の含量 (%) = $(W_S) / (\text{試料の量 (mg)}) \times (Q_T) / (Q_S) \times 44.17$

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

ただし, W_S : 標準液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

内標準溶液 n-オクタンの n-キシルン溶液 (1→25)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 20% のメチルシリコーンポリマー

担体 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 100℃ 付近の一定温度

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

流量 オクタン のピークが約 10 分後に現れるように調整する。

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

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Hydroxypropyl Methylcellulose

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

~~Cellulose, 2-hydroxypropyl methyl ether [9004-65-3]~~

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

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

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

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

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

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

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

(2) 塩化物 Cl として 0.28% 以下

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

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

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

乾燥減量 8.0% 以下 (105℃, 1 時間)

強熱残分 1.5% 以下 (乾燥物換算)

定 量 法 (1) 装置 分解瓶: 5ml のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20mm, 首部までの高さが 50mm, 高さ約 30mm までの容積が 2ml で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの

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

有するもの。

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

~~メトキシ基 (-CH₃O) の量 (%)~~

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

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

~~ヒドロキシプロポキシ基 (-C₃H₇O₂) の量 (%)~~

$$= (Q_{Tc}) / (Q_{Tb}) \times (W_{Sc}) / (試料の量 (mg)) \times 44.17$$

ヒドロキシプロポキシ基 (-C₃H₇O₂) の含量

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

ただし、W_{Sa} : 標準溶液中のヨウ化メチルの量 (mg)

W_{Sb} : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

~~内標準溶液 n-オクタンの α-キシレン溶液 (1→25)~~

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 20% のメチルシリコーンポリマー

担体 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 100°C 付近の一定温度

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

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

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

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

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

分子量 422.39

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

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

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

性 状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

(2)本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) シアン 硫酸銅 $40 \pm 0.010g$ に水 8 ml 及びアンモニア試液 2 ml を加え溶解する。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。そこにこのろ紙片に、本品の水溶液(1→100)1滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。

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

定量法 本品約 $1.01g$ を精密に量り、水 200ml を加えて溶解する。この溶液に硫酸 10ml を加え、0.02mol/l 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅色が 30 秒間持続するときとする。

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

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

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

分子量 508.29

Calcium hexacyanoferrate(II) dodecahydrate [158369-16-5, 水和物 ;

13821-08-4, 無水物]

~~calcium ferrocyanide [13821-08-4]~~

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

性 状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

純度試験 「フェロシアン化カリウム」の純度試験を準用する。

- (1) シアレン 硫酸銅 10mgに水 8ml及びアゾモニア試液 2mlを加え溶解する。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。ここに、本品の水溶液(1→100)1滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。
(2) フーリンシアン化塩 本品 10mgを水 10mlに溶解する。この溶液1滴に硝酸鉛溶液(4→100)1滴を滴下する。さらに、ベンジジン₂を飽和した3mol/l酢酸液滴を滴下するとき、青色を呈しない。

定量法 本品約 4.01gを精密に量り、水 200mlを加えて溶解する溶かす。この溶液に硫酸 10mlを加え、0.02mol/l過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅色が 30 秒間持続するときとする。

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

フェロシアン化ナトリウム

Sodium Ferrocyanide

ヘキサシアノ鉄(II)酸ナトリウム

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

分子量 484.06

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

sodium ferrocyanide [13601-19-9]

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

性状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

純度試験 「フェロシアン化カリウム」の純度試験を準用する。

- (1) シアレン 硫酸銅 10mgに水 8ml及びアゾモニア試液 2mlを加え溶解する。この溶液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。ここに、本品の水溶液(1→100)1滴を滴下するとき、白色の輪を生じない。
(2) フーリンシアン化塩 本品 10mgを水 10mlに溶解する。この溶液1滴に硝酸鉛溶液(4→100)1滴を滴下する。さらに、ベンジジン₂を飽和した3mol/l酢酸液滴を滴下するとき、青色を呈しない。

定量法 本品約 4.01 g を精密に量り、水 200 ml を加えて溶解する。この溶液に硫酸 10 ml を加え、 0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅色が 30 秒間持続するときとする。

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

プロパノール

Propanol

C_3H_8O

分子量 60.09

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

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

含 量 本品は、プロパノール (C_3H_8O) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特有のにおいがある。

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

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

(2) 比重 $d_4^{20} = 0.800 \sim 0.805$ (~~25°C~~)

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

リン酸三マグネシウム

~~†~~Trimagnesium ~~†~~Phosphate

第三リン酸マグネシウム

分子量 8 ~~水塩水和物~~ 406.98
Mg₃(PO₄)₂·nH₂O (n = ~~4~~8, 5 又は ~~8~~4) 4 ~~水塩水和物~~ 334.92
Trimagnesium phosphate hydrate [13446-23-6, 8 水和物; 13465-22-0, 4 水和物;
7757-87-1, 無水物]

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

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

含 量 本品を強熱したものは、リン酸三マグネシウム・無水物 (Mg₃(PO₄)₂ = 262.86) 98.0~101.5%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

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

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

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

純度試験 ~~結晶物は、乾燥した後、試験を行う。~~

(1) 溶状 ~~わずかに混濁~~

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

(2) 重金属 Pb として 30 μg/g 以下 (~~1.33g, 比較液 鉛標準液 2.0ml~~)

本品 1.33g を量り、水 20ml に分散させ、塩酸 (~~1→1~~) 5ml を加えて pH ~~3~4~~ に調整して試料を溶かし、ろ過後、水を加えて 40ml とし、検液とする。希塩酸を加えて pH ~~3~4~~ に調整して溶かす。この液をろ過後、水を加えて正確に 40 ml とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、ろ液 10ml を正確に加え、水を加えて正確に 40ml とする。残りのろ液 30ml に水を加えて正確に 40ml とし、検液とする。

(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~4.0 μg/g 以下 (~~0.50g, 装置 B~~) を用いる。

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

(4) フッ化物 F として 5.0 μg/g 以下

本品 1.0g を量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1→10) 10ml を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製ビーカーに移して直ちに氷冷する。これにクエン酸ナトリウム溶液 (~~25~~1→~~400~~4) 15ml、エチレンジアミン四酢酸

二ナトリウム溶液 (~~2.5~~1 → ~~400~~10) 10ml を加えて混合する。塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (~~4.2~~ → ~~40~~5) で pH ~~4~~5.4 ~ 5.6 に調整する。その液を 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて 100ml とする。この液約 50ml をポリエチレン製ビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及びフッ素イオン電極を接続した電位差計で測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110℃ で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210g を正確に量り、ポリエチレン製ビーカーに入れ、水 200ml を加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000ml とし、ポリエチレン製容器に入れ、移して比較原液とする。使用時に、比較原液 5ml を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000ml とする。この液 1ml を正確に量り、ポリエチレン製ビーカーに入れ、~~2.5~~クエン酸ナトリウム溶液 (~~25~~1 → ~~400~~4) 15ml 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 (~~2.5~~1 → ~~400~~10) 10ml を加えて混合する。塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (~~4.2~~ → ~~40~~5) で pH ~~4~~5.4 ~ 5.6 に調整する。その液を 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて 100ml とする。この液約 50ml をポリエチレン製ビーカーにとり比較液とする。

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

5 ~~本塩水和物~~ 20% ~ 27% (1.0g, 425℃, 3 時間)

8 ~~本塩水和物~~ 30% ~ 37% (1.0g, 425℃, 3 時間)

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

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

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

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

($C_{10}H_{14}N_2Na_4O_8 \cdot 2H_2O$, 分子量 372.24) 37.224g を含む。

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

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

示葉 (エリオクロムブラックT試液5滴)