

肉エキス	3.0g
ゼラチン製ペプトン	5.0g
乳糖	5.0g
水	1,000ml

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.7～7.1である。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。

(xiii) BGLB (ブリリアントグリーンラクトースバイル) 培地

ペプトン	10.0g
乳糖	10.0g
ウシ胆汁末	20.0g
ブリリアントグリーン	0.0133g
水	1,000ml

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは7.0～7.4である。

(xiv) マッコンキー 培地

ゼラチン製ペプトン	7.0g
カゼイン製ペプトン	1.5g
肉製ペプトン	1.5g
乳糖	10.0g
デソキシコール酸ナトリウム	1.5g
塩化ナトリウム	5.0g
寒天	13.5g
ニュートラルレッド	0.03g
クリスタルバイオレット	1.0mg
水	1,000ml

全成分を混和し、1分間煮沸し、混和した後、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.9～7.3である。

(xv) EMB (エオシンメチレンブルー) 培地

ゼラチン製ペプトン	10.0g
リン酸二カリウム	2.0g
乳糖	10.0g
寒天	15.0g
エオシン	0.40g
メチレンブルー	0.065g
水	1,000ml

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.9～7.3である。

34. 比旋光度測定法

旋光度は、光学的活性物質又はその液が偏光面を回転する角度であり、旋光計によって測定する。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあって、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを

左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ記号+又は-を付け、角度を表す数字の右肩に°を付ける。

旋光度 α_x^t とは、特定の単色光x（波長又は名称で記載する。）を用い、温度 $t^\circ\text{C}$ で測定したときの旋光度を意味し、単に旋光度と記載した場合は、別に規定するもののほか、温度は 20°C 、層長は100mm、光線はナトリウムスペクトル中のD線で測定した旋光度 α_D^{20} を示す。

比旋光度 $[\alpha]_x^t$ は、次の式で表す。

$$[\alpha]_x^t = \frac{100\alpha}{lc}$$

ただし、t：測定時の温度

x：用いたスペクトルの特定の単光色の波長又は名称（Dを用いた場合は、Dと記載する。）

α ：偏光面を回転した角度

l：測定した液の層、すなわち、測定に用いた測定管の長さ（mm）

c：測定した液1ml中に存在する試料のg数

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^\circ$ （1g、新たに煮沸し冷却した水、10ml、乾燥物換算）」とあるのは、本品約1gを精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして正確に10mlとし、この液について測定し、乾燥物換算を行うとき、比旋光度が $+20.5 \sim +21.5^\circ$ であることを示す。

35. ヒ素試験法

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の許容される限量を試験する方法である。その量は、三酸化ヒ素（ As_2O_3 ）の量として表す。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下（0.25g、第1法、装置A）」とあるのは、本品0.25gを量り、試料とし、第1法により検液を調製し、装置Aを用いる方法により試験を行うとき、ヒ素が、 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下であることを示す。

装置 A

概略は、図1による。

A：発生瓶（容量約60mlで、40mlの標線があるもの）

B：内径約6.5mmのガラス管

C及びD：接続部が内径6.5mm、外径約18mmで、すり合わせとなっているガラス管で、接続部の内縁と外縁が同心円をなしているもの

E：ゴム栓

F：ガラス管Bに付けたへこみで、ガラス繊維を支える。

G：ゴム管

H：クリップ

ガラス管Bにはガラス繊維をF部から約30mmの高さまで詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量の混液で均

等に潤し、管の下端から静かに吸引してガラス繊維及び器壁から過量の液を除いておく。

(単位mm)

—図1 略—

使用の直前、ガラス管C及びDの接続部に臭化第二水銀紙を挟み、クリップHで両管を固定する。

装置 B

概略は、図2による。

(単位mm)

—図2 略—

A：発生瓶（肩までの容量約70ml）

B：排気管

C：ガラス管（内径5.6mm，吸気管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。）

D：吸気管（内径10mm）

E：小孔

F：ガラス繊維（約0.2g）

G：5mlの標線

H及びJ：ゴム栓

L：40mlの標線

排気管Bに約30mmの高さにガラス繊維Fを詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓Hの中心に垂直に差し込み、Bの下部の小孔Eは下にわずかに突きでるようにして発生瓶Aに付ける。Bの上端にはガラス管Cを垂直に固定したゴム栓Jを付ける。Cの排気管側の下端はゴム栓Jの下端と同一平面とする。

装置 C

概略は、図3による。

A：定量ポンプ

B₁、B₂：ミクシングジョイント

C：反応管

D：圧力計

E：流量計

F：気液セパレータ

—図3 略—

操作法

(1) 検液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、水5mlを加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、水5ml及び硫酸1mlを加える。ただし、無機酸の場合には硫酸を加えない。これに亜硫酸10mlを加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり

約2mlとなるまで蒸発し、水を加えて5mlとし、検液とする。

第3法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)10mlを加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して450～550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)で潤し、再び強熱して450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸3mlを加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→10)10mlを加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、450～550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1→50)で潤し、再び強熱して、450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸3mlを加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

(2) 試 験

別に規定するもののほか、次の方法による。

(i) 装置Aを用いる方法 検液を発生瓶に入れ、ブロモフェノールブルー試液1滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸(1→4)で中和し、塩酸(1→2)5ml及びヨウ化カリウム試液5mlを加え、2～3分間放置した後、酸性塩化第一スズ試液5mlを加えて10分間放置する。次に水を加えて40mlとし、無ヒ素亜鉛2gを加え、直ちにガラス管B、C及びDを付けたゴム栓Eを施し、25℃の水中に発生瓶の肩まで浸し、1時間放置した後、直ちに臭化第二水銀紙の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。

標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、ヒ素標準液1.0mlを量り、発生瓶に入れ、塩酸(1→2)5ml及びヨウ化カリウム試液5mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して得た臭化第二水銀紙の呈色を標準色とする。

(ii) 装置Bを用いる方法 検液を発生瓶に入れ、装置Aを用いる方法と同様に操作し、酸性塩化第一スズ試液5mlを加えて室温で10分間放置したのち、次に水を加えて40mlとし、無ヒ素亜鉛2gを加え、直ちにB及びCを連結したゴム栓Hを発生瓶に付ける。Cの細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液5mlを入れた吸接管Dの底に達するように入れておく。次に発生瓶は25℃の水の中に肩まで浸し、1時間放置する。吸接管をはずし、必要があればピリジンを加えて5mlとし、吸収液の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。

標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、ヒ素標準液2.0mlを量り、発生瓶に入れ、塩酸(1→2)5ml及びヨウ化カリウム試液5mlを加えて2～3分間放置した後、酸性塩化第一スズ試液5mlを加え、室温で10分間放置する。以下検液の場合と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。

(iii) 装置Cを用いる方法 検液4mlに塩酸1ml及びヨウ化カリウム溶液(1→10)1mlを加え、水浴上70℃で4分間加温した後、水を加えて20mlとする。装置にアルゴンを流しながら、この溶液及び適当な濃度の塩酸(1～6mol/l)，テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、定量ポンプAを用いてそれぞれ1～10ml/分の適当な流量で連続的に装置内に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素を発生させる。なお、ヨウ化カリウム溶液(1→10)を定量ポンプで連続的に装置内に導入する方式にあつては、検液を直接又は水で適当な濃度に希釈後、この溶液及び適当な濃度の塩酸(1～6mol/l)，ヨウ化カリウム溶液(1→10)，テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、上と同様な操作で装置に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素を発生させる。発生した水素化ヒ素と廃液を気液

セパレータFで分離した後、水素化ヒ素を含む気体を加熱吸収セルを取り付けた原子吸光度測定装置に導入し、波長193.7nmの指示値を読むとき、その値は、比較液のものより大きくない。

ただし、比較液の調製は、検液の試験と同時にを行い、別に規定する量のヒ素標準液を用いて、検液の場合と同様に操作して行う。

操作上の注意

- (1) 試験に用いる器具・試薬及び試液は、ヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要があれば空試験を行う。
- (2) 装置Aを用いる場合は発生ガスが漏れないように、臭化第二水銀紙を挟むすり合わせ部は、緊密につなぐ。
- (3) 装置Aを用いる場合は臭化第二水銀紙の呈色は、光、熱、湿気などによって退色するので、比色は、速やかに行う。デシケーター中に光を遮っておけば、しばらく保存することができる。
- (4) 装置Cを用いる場合は、装置により試料、塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液、ヨウ化カリウム溶液の流量や、塩酸及びヨウ化カリウム溶液の濃度は異なり、更にテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液とは異なる濃度のテトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液を使用する場合もある。

36. 沸点測定法及び蒸留試験留分の測定法

沸点測定及び蒸留試験留分の測定は、別に規定するもののほか、次の第1法又は第2法による。

沸点は、別に規定するもののほか、最初の留出液5滴を留出したときを最低とし、蒸留フラスコ中の液が少なくなり、十分な蒸発量が得られなくなる直前の温度を最高とする。

また、蒸留試験留分は、規定の温度範囲の留分の蒸留する容量を量るものである。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「55.5～57.0℃（第1法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験留分の測定法中の第1法により測定するとき、その沸点が、55.5～57.0℃であることを示す。また、「64～70℃で95vol%以上を留出する。（第2法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験留分の測定法中の第2法により測定するとき、64～70℃で95vol%以上を留出することを示す。

第1法

この方法は、規定の温度範囲が5℃未満のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験留分の測定に用いる。

装 置

概略は、次の図による。

— 図 略 —

A：硬質ガラス製蒸留フラスコ

(容量50～60ml)

B：浸線付温度計（棒状）

C：浸線

D：栓

E：冷却器

F : アダプター

G : メスシリンダー (25ml, 0.1mlの目盛りのあるもの)

ガラス器具類は、よく乾燥したものをを用いる。浸線付温度計Bは、浸線Cが栓Dの下端にくるように、また水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け、蒸留フラスコAに冷却器Eを連結し、EにはアダプターFを接続し、Fの先端は、受器のメスシリンダーGの口にわずかに空気が流通するようにして差し込む。

Aには沸騰石又は毛细管を入れ、Aを覆う高さの風よけを付け、適当な熱源を用いてAを加熱する。ただし、直火で加熱するときは、Aをセラミック板 (150mm×150mmの金網に厚さ6mmのセラミックを固着し、中央部に直径30mmの円形の穴を開けたもの) の穴に載せて加熱する。

操 作 法

あらかじめ液温を測定した試料25mlをGを用いて量り、Aに入れ、Gは、洗わずにそのまま受器として用いる。装置が整ったならば、Eに水を通し、Aを加熱し、約10分で留出を始め、別に規定するもののほか、測定温度200℃未満のものは1分間4～5ml、200℃以上のものは1分間3～4mlの留出速度で蒸留し、留液の温度を初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

80℃以下で蒸留し始める液では、あらかじめ試料を10～15℃に冷却してその容量を量り、蒸留中はGの上部から25mm以下を氷冷する。

気圧に対する温度の補正は、0.36kPaにつき0.1℃とし、気圧101kPa未満のときはこれを加え、101kPaを超えるときはこれを減じる。

第2法

この方法は、規定の温度範囲が5℃以上のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験留分の測定に用いる。

装 置

第1法と同様の装置を用いる。ただし、蒸留フラスコAは容量200ml、首の内径18～24mmで内径5～6mmの留出管が付いているものを用いる。また、直火で加熱するとき用いるセラミック板は、中央部に直径50mmの円形の穴を開けたものとする。

また、受器に用いるメスシリンダーGは、100mlで、1mlの目盛りのあるものとする。

操 作 法

あらかじめ液温を測定した試料100mlを1mlの目盛りのあるGを用いて量り、第1法と同様に操作する。

37. メトキシ基定量法

メトキシ基定量法は、試料にヨウ化水素酸を加えて加熱し、生じるヨウ化メチルを臭素で酸化し、生じたヨウ素酸をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定してメトキシ基を定量する方法である。

装 置

概略は、次の図による。

— 図 略 —

A : 分解フラスコ

B : ガス導入管

- C : すり合わせ連結部
- D : 空冷部
- E : ガス洗浄部
- F : ガラス栓
- G : 球面すり合わせ連結部
- H : ガス導管
- J : 吸尿管
- K : 排ガス管

洗浄液及び吸収液の調製

洗浄液 赤リン 1g を量り、水 100ml に懸濁させる。

吸収液 酢酸カリウム 15g を量り、酢酸／無水酢酸混液（9 : 1）150ml を加えて溶かし、この液 145ml を量り、臭素 5ml を加える。用時調製する。

操作法

ガス洗浄部 E に洗浄液を約 1/2 の高さまで入れ、また吸尿管 J に吸収液約 20ml を入れる。メトキシル基（ $\text{CH}_3\text{O} : 31.03$ ）として約 6.5mg に対応する量の試料を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石及びヨウ化水素酸約 6ml を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なグリース（シリコーン油）を付けて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調整する。A を油浴に浸し、浴の温度が 20～30 分後に 150℃ になるように加熱し、更に 60 分間煮沸する。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を、あらかじめ酢酸ナトリウム溶液（1→5）10ml を入れた 500ml の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約 200ml とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に 1ml を加える。次にヨウ化カリウム 3g 及び硫酸（1→20）15ml を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、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 1ml）。別に空試験を行い補正する。

$$0.1\text{mol/L} \text{チオ硫酸ナトリウム溶液 } 1\text{ml} = 0.5172\text{mgCH}_3\text{O}$$

38. 融点測定法 （注：別添参考資料参照）

融点とは、次の方法により測定するとき、固体がその温度又は温度の範囲内で完全に融解する温度をいう。測定の便宜上、固体物質を次の 2 種類に分ける。

第 1 種物質 粉末にしやすいもの

第 2 種物質 脂肪、脂肪酸、パラフィン、ろう等のような粉末にしにくいもの

(1) 第 1 種物質の場合

装置

概略は、次の図による。

—図 略—

A : 加熱容器（硬質ガラス製）

B : 浴液（常温における動粘度 50～100 mm^2/s の澄明なシリコーン油を用いる。）

C：テフロン製ふた

D：浸線付温度計（棒状、融点が50℃未満のときは1号、50℃以上100℃未満のときは2号、100℃以上150℃未満のときは3号、150℃以上200℃未満のときは4号、200℃以上250℃未満のときは5号、250℃以上320℃未満のときは6号を用いる。）

E：温度計固定ばね

F：浴液量加減用小孔

G：コイルスプリング

H：毛細管（内径0.8～1.2mm、長さ120mm、壁の厚さ0.2～0.3mmで一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。）

J：テフロン製ふた固定ばね

操作法

試料を微細な粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーターで約24時間乾燥する。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥する。次に、この試料を毛細管Hに厚さ2.5～3.5mmの層となるようにできるだけ堅く詰める。成分規格・保存基準各条などに（封管中）とある場合は、開いている方の一端を閉じる。また（減圧封管中）とある場合は、開いている方の一端から、減圧（0.67kPa以下）にしながら開いている方の一端を弱く加熱して閉じる。

浴液Bを加熱して予想される融点の約10℃以下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を浴液メニスカスに合わせ、試料を入れたHをコイルスプリングGに差し込み、試料を詰めた部分がDの水銀球の中央にくるようにする。次に1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想される融点より約5℃低い温度から1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。

Hの内壁と試料との接触部にわずかに浸潤又は崩壊を認めたときの温度を融解し始めの温度とし、試料が完全に融解して透明となったときの温度を融解し終わりの温度とし、融解し終わりの温度を融点とする。

(2) 第2種物質の場合

操作法

試料をできるだけ低温で融解し、これを両端の開いた毛細管（第1種物質の場合の装置で両端を開いたもの）中に吸い上げて約10mmの高さとする。この毛細管を約10℃で約24時間放置するか、少なくとも2時間氷冷した後、試料の位置が水銀球の中央外側になるようにゴム輪で温度計に取り付け、これを水を入れたビーカーに入れ、試料の上端を水面下約10mmの位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想される融点より約5℃低い温度に達した後は、2分間に1℃ずつ上昇するように加熱する。H中で試料が浮上するときの温度を融点とする。

39. 誘導結合プラズマ発光強度測定法

誘導結合プラズマ発光強度測定法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ（ICP）により原子化し、励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度から被検元素量（濃度）を測定する方法である。

装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。励起源部は、試料

を励起させ、発光させるための電気エネルギーを供給し制御する電源、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部はネブライザー及び噴霧室からなる。発光部は、トーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。分光部は集光計、回折格子等の分光器からなる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。方式として、波長走査形分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査形分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを点灯する。水銀ランプの発光線を用いて分光器の波長校正を行う。別に規定する方法で調製した検液、標準液又は比較液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

定量は、通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

- (1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その発光強度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した検液の発光強度を測定した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。
- (2) 標準添加法 同量の検液3個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、発光強度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。
- (3) 内標準法 内標準元素の一定量に対して標準被検元素を段階的に加えた内標準液を数種類調製する。それぞれの液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による発光強度及び内標準元素による発光強度を同一条件で測定し、標準被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度の比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度の比をとり、検量線を作成する。次に、~~検液の調製にはあらかじめ標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、~~次に検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬・試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる。

40. 油脂類試験法

油脂類試験法は、香料以外の脂肪酸、高級脂肪族アルコール類、脂肪酸のエステル類などの油脂類のエステル価、けん化価、酸価、~~長鎖水酸基価及びヨウ素価~~を測定する方法である。

1. エステル価

エステル価とは、試料1gのエステルをけん化するに要する水酸化カリウム (KOH) のmg数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「125～164（油脂類試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、エステル価が、125～164であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、けん化価及び酸価を測定し、次式によりエステル価を求める。

$$\text{エステル価} = \text{けん化価} - \text{酸価}$$

2. けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約 1 g を精密に量り、三角フラスコに入れ、エタノール 40 ml を加え、必要があれば加温して溶かし、エタノール製水酸化カリウム試液 20 ml を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間、時々フラスコを振り混ぜながら加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する。別に空試験を行い、次式によりけん化価を求める。

$$\text{けん化価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a : 空試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (ml)

b : 本試験における 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (ml)

3. 酸 価

酸価とは、試料 1 g を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「15 以下 (油脂類試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、酸価が、15 以下であることを示す。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の酸価に応じて表の試料の採取量を精密に量り、エタノール/エーテル混液 (1 : 1) 50 ml を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。冷後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液で 30 秒間持続する紅色を呈するまで滴定し、次式により酸価を求める。ただし、使用する溶媒は、あらかじめ使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として 30 秒間持続する紅色を呈するまで 0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液を加える。

$$\text{酸 価} = \frac{0.1 \text{ mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

表

酸 価	試料の採取量
5 未満	10 g
5 以上 15 未満	5 g
15 以上 50 未満	3 g
50 以上 120 未満	1 g
120 以上	0.5 g

4. 水酸基価

水酸基価とは、試料 1 g を次の条件でアセチル化するとき、水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「155～187（油脂類試験法）ただし、酸価は0とみなす。」とあるのは、次の方法によるとき、酸価は0とみなしたとき水酸基価が155～187であることを示す。

操 作 法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約1gを精密に量り、図のような丸底フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液5mlを正確に量って加え、フラスコの口に小漏斗を載せ、95～100℃の油浴中に底部を約1cm浸して1時間加熱する。冷後、水1mlを加えてよく振り混ぜ、更に10分間加熱し、冷後、漏斗及びフラスコの首部をエタノール5mlで洗い込み、過量の酢酸を0.5mol/lエタノール製水酸化カ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1ml）。別に空試験を行い、次式により水酸基価を求める。

$$\text{水酸基価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}} + \text{酸価}$$

ただし、a：空試験における0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)

b：本試験における0.5mol/lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)

—図 略—

5. ヨウ素価

ヨウ素価とは、次の条件で測定するとき、試料100gに吸収されるハロゲンの量をヨウ素(I)に換算したg数である。

操 作 法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料のヨウ素価に応じて、表の試料の採取量を小ガラス容器に正確に量り、500mlの栓付フラスコ中に容器と共に入れ、シクロヘキサン20mlを加えて溶かし、正確にウイス試液25mlを加え、よく混和する。密栓して遮光し、20～30℃で30分間（ヨウ素価が100以上のときは1時間）時々振り混ぜて放置する。次にヨウ化カリウム溶液（1→10）20ml及び水100mlを加えて振り混ぜた後、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1ml）。別に空試験を行い、次式によりヨウ素価を求める。

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

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液の消費量 (ml)

表

ヨウ素価	試料の採取量
30未満	1.0 g
30以上50未満	0.6 g
50以上100未満	0.3 g
100以上	0.2 g

41. 硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、試料中に混在する硫酸塩の許容限量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「SO₄として0.024%以下（1.0g、比較液0.005mol/L+硫酸0.50ml）」とあるのは、本品1.0gを量り、試料とし、試験を行い、比較液には、0.005mol/L+硫酸0.50mlを用いて試験を行うとき、硫酸塩が、SO₄として0.024%以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の量のみを規定する場合は、規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約30mlを加えて溶かし、液がアルカリ性の場合は、塩酸（1→4）を加えて中和し、更に塩酸（1→4）1ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。また、試料液を調製する場合は、試料液をネスラー管に入れ、塩酸（1→4）1ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の0.005mol/L+硫酸を量って入れ、塩酸（1→4）1ml及び水を加えて50mlとし、比較液とする。検液が澄明でない場合は、両液を同じ条件でろ過する。

(2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に塩化バリウム溶液（3→25）2mlずつを加えてよく混和し、10分間放置した後、両ネスラー管を黒色を背景とし、側方及び上方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

42. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、試料を硫酸に溶かすとき、硫酸によって容易に呈色する不純物の許容限度を試験する方法である。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

あらかじめ無色の硬質試験管を94.5～95.5%硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体的な場合は、試験管に94.5～95.5%硫酸5mlを入れ、別に規定する量の試料を粉末として少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合は、別に規定する量を量り、試験管に入れ、94.5～95.5%硫酸5mlを加えて振り混ぜる。この間、発熱して温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15分間放置する。別に規定する比色標準液を別の同質同形の試験管に入れ、比較液とする。両管を白色を背景とし、上方及び側方から観察して比色するとき、試料の呈する色は、比較液の色より濃くない。

また、試料を硫酸と加熱して溶かすように規定した場合は、試料と硫酸とを試験管に入れ、規定に従い加熱した後、比色する。

43. ろ紙クロマトグラフィー

ろ紙クロマトグラフィーは、ろ紙を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定するクロマトグラフィー用ろ紙の一端から40mmの所に鉛筆で線を引き、この線上に別に規定する量の検液と対照液をマイクロピペット又は毛細管を用いて付け、風乾する。このとき、検液を付けたスポットと対照液を付けたスポットとの中心間の距離は、約25mmとする。次に、あらかじめ別に規定する展開溶媒を入れ、その蒸気で飽和させておいた高さ約500mmの展開用容器に、このろ紙を入れ、ろ紙が器壁に接触しないように注意して、糸又は針金で栓に垂直につるし、ろ紙の下端約10mmを展開溶媒中に浸し、容器を密閉して放置する。展開溶媒が試料を付けた点より別に規定する距離まで上昇したとき、ろ紙を容器から取り出し、風乾した後、別に規定する方法によって検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。