

D 成分規格・保存基準各条

(第 7 版発行以降新規指定による収載品目)

下線部分は「食品、添加物等の規格基準」(昭和 34 年厚生省告示第 370 号)
収載成分規格への追加部分、取消線部分は削除部分を示す。

亜酸化窒素
Nitrous oxide

N₂O

分子量 44.01

Nitrous oxide [10024-97-2]

定義 本品は、亜酸化窒素を成分とする気体であり、カートリッジ式の耐圧金属製密封容器以外の耐圧金属製密封容器に入れたものである。

含量 本品は、亜酸化窒素 (N₂O) 97.0vol%以上を含む。

性状 本品は、無色の気体で、においはない。

確認試験 (1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び亜酸化窒素 1 ml ずつにつき、定量法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とき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間と一致する。

純度試験 本品の採取量は、20℃で気圧 101.3kPa の容量に換算したものとする。

(1) 塩化物 本品 10 mL を、0.1 mol/L 硝酸銀溶液 2.5 ml に水を加えて 50 ml とした液に通し、5 分間放置したときに生じる白濁は、0.1 mol/L 硝酸銀溶液 2.5 ml に塩化物イオン標準原液 1 ml、希硝酸 0.15 ml 及び水を加えて 50 ml にした液を 5 分間放置したときに生じる白濁より濃くない。

(2) ヒ化水素及びリン化水素 ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液 5 ml をネスラー管に入れる。酢酸鉛試液で潤した脱脂綿を詰めたガラス管を接続したガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から 2 mm 以内の所に保持し、10 分間で本品 10 mL を通したとき、ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液の色は変化しない。

(3) 一酸化炭素 本品 5 ml をガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、一酸化炭素のピーク位置にピークを認めない。

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器：0.1 vol% の一酸化炭素を含む水素又はヘリウム 5 ml を導入するとき、ピーク高さが約 10 cm 以上であること。

カラム充てん剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト

カラム管 内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃ 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量 水素又はヘリウムを用いる。一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように流量を調整する。

流量 一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように流量を調整する。

(4) 一酸化窒素及び二酸化窒素 総量として 2 μl 以下

窒素酸化物測定用検知管を接続した検知管式ガス測定器を用いて、測定する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0ml を、ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、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い、空気のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0ml を量り、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100ml とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0ml につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積 A_S を求め、次式により含量を求める。

$$\text{亜酸化窒素 (N}_2\text{O) の含量 (N}_2\text{O) (vol\%)} = 100 - 3 \times \frac{A_T}{A_S} \quad (\text{vol\%})$$

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器

カラム充てん剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃ 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量 水素又はヘリウムを用いる。窒素のピークが約 2 分後に現れるように流量を調整する。

流量 窒素のピークが約 2 分後に現れるように調整する。

L-アスコルビン酸 2-グルコシド

L-Ascorbic Acid 2-Glucoside

$C_{12}H_{18}O_{11}$ [~~129499-78-1~~]

分子量 338.26

~~(5R)-5-[(1S)-1,2-Dihydroxyethyl]-4-hydroxy-2-oxo-2,5-dihydrofuran-3-yl~~

~~α -D-glucopyranoside [129499-78-1]~~

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスコルビン酸 2-グルコシド ($C_{12}H_{18}O_{11}$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液 (1→50) 5 ml に過マンガン酸カリウム溶液 (1→200) 1 滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。また、本品の水溶液 (1→50) 5 ml に 2, 6-ジクロロフェノールイソドゾールナトリウム試液 1～2 滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。~~

~~(2) 沸騰フーリンゲ試液 5 ml に本品の水溶液 (5→10) 2～3 滴を加え、約 5 分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。~~

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) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +186.0 \sim +188.0^\circ$ (5 g, 水, 100ml, 乾燥物換算)

(2) 融点 158～163℃

(3) 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)

(4) ヒ素 As₂O₃として, 1.0 μ g/g 以下 (2.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品及び定量用L-アスコルビン酸 2-グルコシド 0.5g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、内標準溶液 10ml を正確に加えた後、水を加えて正確に 50ml とし、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は 5 w/v% グリセリン溶液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 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い、内標準物質検液及び標準液のグリセリンのピーク面積に対する L-アスコルビン酸 2-グルコシドのピーク面積の比 Q_1 及び Q_2 を求める。更に乾燥物換算を行い、次式により L-アスコルビン酸 2-グルコシドの含量を求める。

L-アスコルビン酸 2-グルコシド ($C_{12}H_{18}O_{11}$) の含量

$$= \frac{\text{乾燥物換算した定量用 L-アスコルビン酸 2-グルコシドの採取量 (mg)} \times \frac{Q_1}{Q_2}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)} \times \frac{Q_1}{Q_2}} \times 100 (\%)$$

~~内標準溶液 5-w/v 0.6% グリセリン溶液~~

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 ~~スチレン及びジビニルベンゼンの共重合体にスルホン酸基を結合させた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 4 ~ 8 mm, 長さ 20 ~ 50cm のステンレス管

カラム温度 35℃

移動相 硝酸 (1 → 10,000)

流量 L-アスコルビン酸 2-グルコシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

アセスルファムカリウム

Acesulfame Potassium

アセスルファム K

$C_4H_4KNO_4S$

分子量 201.24

~~Potassium salt of 6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one 2,2-dioxide~~
~~3-Potassio-6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one 2,2-dioxide~~ [55589-62-3]

含 量 本品を乾燥したものは、アセスルファムカリウム ($C_4H_4KNO_4S$) 99.0~101.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品 ~~10mg~~ 0.010g に水 1,000ml を加えて溶かした液は、波長 225~229nm に極大吸収部がある。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品 0.2g に酢酸 (~~20→100~~ 3→10) 2ml 及び水 2ml を加えて溶かし、コバルチ亜硝酸ナトリウム試液数滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明 (1.0g, 水 ~~5.0~~ 5ml)

(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0g, 水 100ml)

(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) 鉛 Pb として $1.0\mu\text{g/g}$ 以下 (10.0g, 第 1 法)

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

(6) フッ化物 F として $3.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.00g を正確に量り、ビーカーに入れ、水 10ml を加えてしばらくかき混ぜる。その後、塩酸 (1→20) 20ml を徐々に加えて溶かす。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。これにエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 (~~2.5→100~~ 1→10) 10ml 及びクエン酸ナトリウム溶液 (~~2.5→100~~ 1→4) 15ml 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→10~~ 2→5) で pH を 5.4~5.6 に調整する。~~その~~この液を 100ml のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 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、水を加えて正確に 1,000ml とし、ポリエチレン製容器に ~~移し~~ 入れ、比較原液とする。使用時に、比較原液 3ml を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 2ml を正確に量り、ポリエチレン

製ビーカーに入れ、~~これに~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液(~~25→100~~1→40)10ml及びクエン酸ナトリウム溶液(~~25→100~~1→4)15ml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→10)でpH~~を~~5.4~5.6に調整する。~~そのこの~~液を100mlのメスフラスコに移し、水を加えて~~正確に~~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。

(7) 他の紫外線吸収物質 アセスルファムカリウムとして20 μ g/g以下

本品約1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。検液を水で50,000倍に希釈し、比較液とする。~~検液及び比較液をそれぞれ20 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とき、検液で得られた主ピークの保持時間の3倍の時間以内の、主ピーク以外のピークの面積の合計は、比較液で得られた主ピークの面積を超えない。検液を20 μ l量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。~~

~~メインピークの保持時間の3倍の時間(3Rt)以内に他のピークが見れるときは、検液を水で50,000倍に希釈した液20 μ lを量り、再度試験を行う。~~

~~検液で得られた3Rt以内にあるメインピーク以外の全てのピークの内積の合計が、検液を水で50,000倍に希釈した液の測定におけるメインピークの内積を超えないものとする。~~

操作条件

検出器 ~~紫外線吸収~~検出器紫外吸光度計(測定波長227nm)

充てん剤 3~5 μ mの液体クロマトグラフィ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25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 ~~アセトニトリル/0.01mol/l硫酸水素テトラブチルアンモニウム混液~~
~~(40:60)0.01mol/l硫酸水素テトラブチルアンモニウム/アセトニトリル混液~~
(3:2)

流速流量 1ml/分

カラムは、本品~~40mg~~0.010g及び「パラオキシ安息香酸エチル」~~40mg~~0.010gをそれぞれ量り、水に溶かして混液とし、更に水を加えて1,000mlとした液20 μ lを量り、上記の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、両者のピークが相互に分離するものを用いる。

乾燥減量 1.0%以下(105℃, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、酢酸50mlを加えて溶解溶かした後、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2滴)を用いる場合の終点は、液の色が濃い青色を経て緑色が30秒以上持続するときを終点とする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ml = 20.412mg $C_4H_4KNO_4S$

アミルアルコール
~~Amyl alcohol~~ Alcohol

C₅H₁₂O

分子量 88.15

~~Pentan-1-ol [71-41-0] Pentanol [71-41-0]~~

含 量 本品は、アミルアルコール (C₅H₁₂O) 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 $n_D^{20} = 1.407 \sim 1.412$

(2) 比重 $d_4^{20} = 0.810 \sim 0.816$ (~~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。

イソアミルアルコール
Isoamyl ~~alcohol~~ Alcohol

$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

~~3-Methylbutan-1-ol [123-51-3]~~

~~3-Methyl-1-butanol [123-51-3]~~

含 量 本品は、イソアミルアルコール ($C_5H_{12}O$) 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 $n_D^{20} = 1.404 \sim 1.410$

(2) 比重 ~~$d_4^{25} = 0.806 \sim 0.813$ (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。

イソブタノール

Isobutanol

$C_4H_{10}O$

分子量 74.12

2-Methylpropan-1-ol [78-83-1]

~~2-methyl-1-propanol [78-83-1]~~

含 量 本品は、イソブタノール ($C_4H_{10}O$) 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 $n_D^{20} = 1.392 \sim 1.398$

(2) 比重 $d_4^{20} = 0.799 \sim 0.801$ (~~25°C~~)

(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

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。

イソプロパノール

Isopropanol

C_3H_8O

分子量 60.10

Propan-2-ol [67-63-0]

~~2-propanol [67-63-0]~~

含 量 本品は、イソプロパノール (C_3H_8O) 99.7%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 $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$

(2) 比重 0.784~0.788

(3) 遊離酸 本品 15.0ml に新たに煮沸し冷却した水 50ml 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、これに 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20ml を加えるとき、液は、赤色に変わる。

水 分 0.20%以下 (10g, 直接滴定)

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。

2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物
2-Ethyl-3, (5or6) -dimethylpyrazine

$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.20

Mixture of 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine and 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine [55031-15-7]

~~Mixture of 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine and 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine
[55031-15-7]~~

含 量 本品は、2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物 ($C_8H_{12}N_2$) 95.0%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 $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.506$

(2) 比重 0.950～0.980

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。

次亜塩素酸水

Hypochlorous Acid Water

定義 本品は、塩酸又は食塩水を電解することにより得られる、次亜塩素酸を主成分とする水溶液である。本品には、強酸性次亜塩素酸水(0.2%以下の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽(隔膜で隔てられた陽極及び陰極により構成されたものをいう。)内で電解して、陽極側から得られる水溶液をいう。)及び微酸性次亜塩素酸水(2～6%塩酸を無隔膜電解槽(隔膜で隔てられていない陽極及び陰極で構成されたものをいう。)内で電解して得られる水溶液をいう。)がある。

含量 強酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 20～60mg/kg を含む。

微酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～30mg/kg を含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがなく又はわずかに塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 ml に水酸化ナトリウム溶液(1→2,500) 1 ml 及びヨウ化カリウム試液 0.2ml を加えるとき、液は、黄色を呈する。更にデンプン試液 0.5ml を加えるとき、液は、濃青色を呈する。

(2) 本品 5 ml に過マンガン酸カリウム溶液(1→300)0.1ml を加え、これに硫酸(1→20) 1 ml を加えるとき、液の赤紫色は退色しない。

(3) 本品 90ml に水酸化ナトリウム溶液(1→5)10ml を加えた液は、波長 290～294nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 液性 強酸性次亜塩素酸水 pH2.7 以下

微酸性次亜塩素酸水 pH5.0～6.5

(2) 蒸発残留物 0.25% 以下

本品 20.0g を量り、蒸発した後、110℃で2時間乾燥し、その残留物の重量質量を量る。

定量法 (1) 強酸性次亜塩素酸水 本品約 200g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 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 0.01mol/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。

0.01mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 0.3545 mg Cl

(2) 微酸性次亜塩素酸水 本品約 200g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 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 0.005mol/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。

0.005mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 0.1773 mg Cl

スクラロース

*Sucralose

トリクロロガラクトスクロース

$C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

分子量 397.64

1,6-Dichloro-1,6-dideoxy- β -D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy- α -D-galactopyranoside

~~[[56038-13-2]]~~

含 量 本品を無水物換算したものは、スクラロース($C_{12}H_{19}Cl_3O_8$) 98.0~102.0%
を含む。

性 状 本品は、白~淡灰白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。~~本品は
水、メタノール及びエタノールに溶けやすく、酢酸エチルに溶けにくい。~~

確認試験 (1) 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
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。

~~(2) 本品 1.0g にメタノール 10ml を加えて溶かし、検液とする。検液 5 μ l につき、
塩化ナトリウム溶液 (1:20) / アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として薄
層クロマトグラフィーを行うとき、Rf 値 0.4~0.6 付近にスポットを認める。ただし、
薄層板は、担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル
を使用する。展開溶媒の先端が 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、溶
媒を除き、15% 硫酸・メタノール試液を噴霧した後、125°C で 10 分間加熱して呈色
させる。~~

純度試験 (1) ~~溶状 澄明 (1.0g, 水 10ml)~~

(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$ (1.0g, 水, 10ml, 無水物換算)

~~(3) 液性 pH 3.0~6.0 (2.0g, 水 20ml)~~

~~(4) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 1.0ml)~~

(2) 鉛 Pb として $\leq 1.0 \mu$ g/g 以下 (10.0g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 装置 B-C)

(6) 他の塩化二糖類 0.5% 以下

本品 1.0g にメタノール 10ml を加えて溶かし、検液とする。検液 0.5ml を量り、
メタノールを加えて 100ml とし、対照液とする。検液及び対照液 5 μ l につき、塩
化ナトリウム溶液 (1:20) / アセトニトリル混液 (7:3) を展開溶媒として確
認試験 (2) と同様に、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、溶媒を除き、15% 硫酸・メタノー
ル試液を噴霧した後、125°C で 10 分間加熱するとき、検液は、対照液と同位置以外
にスポットを認めないか又は他のスポットを認める場合であっても、対照液のスポ
ットよりも濃くない。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

オクタデシルシリル化シリカゲルを110℃で1時間乾燥したものを使用する。

(95) 塩化単糖類 果糖として0.16%以下

本品2.5gを量り、メタノールを加えて正確に10mlとし、検液とする。別にD-マンニトール10.0gを正確に量り、水を加えて正確に100mlとし、対照液(A)とする。また、D-マンニトール10.0g及び果糖40mg(0.040g)を正確に量り、水を加えて正確に100mlとし、対照液(B)とする。検液、対照液(A)及び対照液(B)を、厚さ0.25mmのシリカゲル薄層板に、それぞれ1μlずつ付け、風乾した後、この操作を更に4回繰り返す。この薄層板にp-アニシジン・フタル酸試液を噴霧後、98~102℃で約10分間加熱して呈色させるとき、検液のスポットは、対照液(B)のスポットよりも濃くない。なお、試験に供した対照液(A)に、スポットが現れた場合は、再度薄層板を作成し、同様の操作を繰り返す。

(96) トリフェニルホスフィンオキシド ~~450mg(0.015%)~~以下

本品約 ~~400mg(0.1g)~~ を精密に量り、アセトニトリル ~~—~~ 水混液 (67:33) に溶かして正確に10mlとし、検液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド ~~400mg(0.100g)~~ を正確に量り、アセトニトリル ~~—~~ 水混液 (67:33) に溶かして正確に10mlとする。この液1mlを正確に量り、アセトニトリル ~~—~~ 水混液 (67:33) を加えて正確に100mlとする。更に ~~—~~ この液1mlを正確に量り、アセトニトリル ~~—~~ 水混液 (67:33) を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ25μlずつ ~~に~~ ~~き~~量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、~~う~~、~~それぞれの液につ~~いて検液及び標準液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積、 A_T 及び A_S を求め、次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP)} \text{ の含量 (ug/g)} \\ & = \frac{(A_T)}{(A_S)} \times (10,000) \div (\text{試料の採取量 (mg)}) \\ & \text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP)} \text{ の量} \\ & = \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times \frac{A_T}{A_S} (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計紫外線吸収検出器 (測定波長 220nm)

カラム充てん剤 5μmの液体クロマトグラフィ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15cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリル ~~—~~ 水混液 (67:33)

流速流量 1.5ml/分

(97) メタノール 0.10%以下

本品約 2.0g を精密に量り、水を加えて正確に 10ml とし、混和し、検液とする。別にメタノール 2ml+2.0g を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、混和する。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、混和し、比較液とする。検液及び比較液を 1 μl 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とき、それぞれを液検液及び標準液のメタノールのピーク面積、 S_d 、 A_T 及び A_s を求め、次式により含量メタノールの量を求める。

$$\text{メタノール含量 (\%)} = \frac{(S_d \times C \div \text{試料の容量 (ml)}) \div (A_s \div \text{試料の採取量 (g)})}{2.0} \times \frac{A_T}{A_s} \times 100 (\%)$$

メタノールの量 =

ただし、 C は比較液中のメタノール濃度 (%)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 150~180 μm 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 ~~ポラスポリマデイズ~~

カラム管 内径 2~4 mm、長さ約 2 m のガラス管

カラム温度 140~160℃ の一定温度

カラム入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス及び流量 窒素又はヘリウムを用いる。メタノールのピークが約 4 分後に現れるようにキャリアーガスの流量又はカラム温度を調節する。

流量 メタノールのピークが約 4 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.7% 以下

水分 2.0% 以下 (1g、直接滴定)

定量法 本品約 1g 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、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10ml を加え、還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸する。冷後、希硝酸で中和し、指示電極に銀電極、参照電極に銀-塩化銀電極を用い、0.1mol/l 硝酸銀溶液で滴定する。別に空試験を行い補正し、更に無水物換算を行う。

0.1mol/l 硝酸銀溶液 1 ml = 13.25525 mg $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

ステアリン酸カルシウム

Calcium 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カルシウム塩である。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、カルシウム (Ca=40.08) 6.4~7.1%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。

確認試験 (1) 本品 3.0g に塩酸 (1→2) 20ml 及び ~~エーテル~~ジエチルエーテル 30ml を加え、3分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層はカルシウム塩の反応(1)を呈する。

(2) (1)の ~~エーテル~~ジエチルエーテル層を分取し、希塩酸 20ml, 10ml, 次に水 20ml を用いて順次洗った後、水浴上で ~~エーテル~~ジエチルエーテルを留去するとき、残留物の融点は 54℃以上である。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下

本品 1.0g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 ml を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20ml 及び希酢酸 2 ml 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~~試験を行う。比較液は塩酸 2 ml を水浴上で蒸発乾固し、~~これに~~希酢酸 2 ml, 鉛標準液 1.0ml 及び水を加えて 50ml とする。

(2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下

本品 1.0g に塩酸 (1→2) 5 ml 及びクロロホルム 20ml を加え、3分間激しく振り混ぜた後、放置して水層を分取し、~~これを~~検液とする。装置 B を用いる。

(3) 遊離脂肪酸 ステアリン酸として 3.0% 以下

本品約 2 g を精密に量り、100ml の三角フラスコに入れ、アセトン 50ml を加え、冷却管を付けて水浴中で 10分間加熱し、冷却する。定量分析用ろ紙 (5種 C) を二重に重ね ~~たもの~~で、その内容物をろ過し、フラスコ、残留物及びろ紙をアセトン 50ml で洗い、洗液をろ液に合わせる。フェノールフタレイン試液 2~3 滴と水 5 ml を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。アセトン 100ml と水 5 ml の混液を用いて空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 28.45mg C₁₈H₃₆O₂

~~4)~~ 乾燥減量 4.0% 以下 (105℃, 3時間)

定 量 法 本品約 0.5g を精密に量り、ろつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、電気炉に入れ、700℃で 3時間加熱して完全に灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10ml を加え、水浴上で 10分間加温した後、温湯 10ml, 10ml 及び 5 ml を用いてフラスコに移し入れ、~~液に~~液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え、

更に 0.05mol/L EDTA・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 10ml, エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルイエロー試液 5 滴を加えた後, 直ちに過量の EDTA を 0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液で滴定する。ただし, 滴定の終点は液の緑色が消え, 赤色を呈するときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05mol/L EDTA 溶液 1 ml = 2.00430 mg Ca