

スポットする。次にジクロロメタンを展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更にクロロホルム/メタノール混液 (99 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これらに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

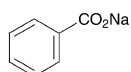
**定量法** 本品の安息香酸エストラジオール ( $C_{25}H_{36}O_3$ ) 約 10 mg に対応する容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、薄めたメタノール (9 → 10) を飽和したヘキサン 30 mL を加え、ヘキサンを飽和した薄めたメタノール (9 → 10) 15 mL ずつで 5 回抽出する。抽出液は薄めたメタノール (9 → 10) 10 mL で洗ったろ紙を用いてろ過し、ろ液にメタノールを加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に安息香酸エストラジオール標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれ遮光した 20 mL のメスフラスコに入れ、水浴上で空気を送りながら蒸発乾固する。残留物をメタノール 1 mL に溶かし、更にホウ酸・メタノール緩衝液 10 mL を加えて振り混ぜた後、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸する。冷後、ホウ酸・メタノール緩衝液 5 mL を加え、振り混ぜた後、氷冷する。それぞれの液に氷冷したジアゾ試液 2 mL を速やかに加え、激しく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とし、振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液につき、メタノール 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。層長 4 cm のセルを用い、試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{安息香酸エストラジオール (C}_{25}\text{H}_{36}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{安息香酸エストラジオール標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{2}{5} \end{aligned}$$

**貯法** 容器 密封容器。

## 安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$  : 144.10

Monosodium benzoate [532-32-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、安息香酸ナトリウム ( $C_7H_5NaO_2$ ) 99.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は白色の粒、結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、甘味及び塩味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

**確認試験** 本品の水溶液 (1 → 100) は安息香酸塩の定性反応並びにナトリウム塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

**純度試験**

(1) **溶状** 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) **酸又はアルカリ** 本品 2.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき、液は無色である。この液に更に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を追加するとき、液は赤色に変わる。

(3) **硫酸塩** 本品 0.40 g を水 40 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 3.5 mL を徐々に加え、5 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 20 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.120 % 以下)。

(4) **重金属** 本品 2.0 g を水 44 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 6 mL を徐々に加えた後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) **ヒ素** 本品 1.0 g を水酸化カルシウム 0.40 g とよく混ぜ、強熱して得た残留物を希塩酸 10 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) **塩素化合物** 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、希硫酸 10 mL を加えた後、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水浴上でジエチルエーテルを留去する。得られた残留物 0.5 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次にこれを約 600 °C で強熱した後、希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は、次の比較液より濃くない。

比較液: 炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 0.5 mL を加える。

(7) **フタル酸** 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、120 ~ 125 °C の油浴中で加熱し、水を蒸発した後、更に 90 分間加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液 (43 → 500) 10 mL を加えて振り混ぜた後、470 ~ 490 nm の光を照射するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

比較液: フタル酸水素カリウム 0.061 g を水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、以下同様に操作する。

**乾燥減量** 1.5 % 以下 (2 g, 110 °C, 4 時間)。

**定量法** 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、300

mL の共栓フラスコに入れ、水 25 mL に溶かし、ジエチルエーテル 75 mL 及びプロモフェノールブルー試液 10 滴を加え、0.5 mol/L 塩酸で滴定する。滴定は水層とエーテル層とをよく振り混ぜながら行い、終点は水層が持続する淡緑色を呈するときとする。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 72.05 mg  $C_7H_5NaO_2$

貯法 容器 密閉容器。

## 安息香酸ナトリウムカフェイン

Caffeine and Sodium Benzoate

アンナカ

本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン ( $C_8H_{10}N_4O_2$ : 194.19) 48.0 ~ 50.0 % 及び安息香酸ナトリウム ( $C_7H_5NaO_2$ : 144.10) 50.0 ~ 52.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、酢酸 (100) 又は無水酢酸にやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 1 g を分液漏斗に入れ、水 10 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに赤色を呈するまで、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回よく振り混ぜて抽出し、水層と分離する〔水層は (2) に用いる〕。クロロホルム抽出液を合わせてろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。この残留物につき、次の試験を行う。

(i) 残留物の水溶液 (1 → 500) 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける。

(ii) 残留物 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(iii) 残留物 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする。この液 5 mL に薄めた酢酸 (31) (3 → 100) 3 mL 及び薄めたビリジン (1 → 10) 5 mL を加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液 (1 → 5) 2 mL を加え、1 分間放置する。これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき、黄色を呈する。

(2) (1) の水層 5 mL に水 5 mL を加えた液は安息香酸塩の定性反応 (2) を呈する。

(3) 本品を加熱するとき、白煙を発する。更に強熱し、この残留物に塩酸を加えるとき、泡立つ。また、この液はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液にフェノールフタレイン試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、赤色を呈しない。

(3) 塩化物 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、エタノール (95) 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール (95) 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.050 % 以下)。

(4) 塩素化合物 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし、希硫酸 10 mL を加えた後、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせ、室温で蒸発乾固する。残留物及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次に約 600 °C に強熱した後、希硝酸 20 mL を加えて溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は、次の比較液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁より濃くない。

比較液: 炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(5) 重金属 本品 2.0 g を水 47 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を徐々に加えた後、ろ過し、最初のろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、120 ~ 125 °C の油浴中で加熱し、水を蒸発した後、更に 90 分間加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液 (43 → 500) 10 mL を加えて振り混ぜた後、470 ~ 490 nm の光を照射するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

比較液: フタル酸水素カリウム 0.061 g を水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、以下同様に操作する。

(8) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (2 g, 80 °C, 4 時間)。

### 定量法

(1) 安息香酸ナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (6 : 1) 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL  
= 14.411 mg  $C_7H_5NaO_2$

(2) カフェイン (1) の操作に引き続き、第一当量点か