

は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.011 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) カルシウム及びマグネシウム 本品 4.0 g を水 25 mL に溶かし、これに塩化アンモニウム 6 g、アンモニア水 (28) 20 mL 及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液 (1 → 10) 0.25 mL を加えて溶かし、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定するとき、その量は 0.5 mL 以下である (指示薬: メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 0.1 g)。ただし、滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする。

(7) 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)。

(8) 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし、希硫酸 5 mL を加えて煮沸し、0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加え、更に 5 分間煮沸するとき、液の赤色は消えない。

乾燥減量 39.0 ~ 40.5 % (1 g, 初め 80 °C で 2 時間、次に 130 °C で 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。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 mL = 8.203 mg C₂H₃NaO₂

貯法 容器 気密容器。

酢酸フタル酸セルロース

Cellulose Acetate Phthalate

セルロース酢酸エステルフタル酸エステル

Cellulose acetate benzene-1,2-dicarboxylate [9004-38-0]

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である。

本品は定量するとき、換算した遊離酸を含まない脱水物に対し、アセチル基 (-COCH₃: 43.04) 21.5 ~ 26.0 % 及びカルボキシベンゾイル基 (-COC₆H₄COOH: 149.12) 30.0 ~ 40.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに酢酸ようにおいがある。

本品はアセトンに溶けやすく、水、メタノール、エタノール (95) 又はジクロロメタンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は酢酸フタル酸セルロース標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同

様の強度の吸収を認める。

(2) 本品約 0.15 g をアセトン 1 mL に溶かし、通風のある場所で透明なガラス板上に流すとき、アセトンが蒸発した後、光沢のある透明なフィルムを形成する。

粘度 本品の換算した脱水物 15 g に対応する量を正確に量り、アセトンと水の質量比で 249 : 1 の混液 85 g を加えて溶かし、25 ± 0.2 °C で粘度測定法第 1 法により測定した本品の動粘度の値 ν と別に比重及び密度測定法により測定した本品の密度の値 ρ から、 $\eta = \rho\nu$ により本品の粘度 η を計算するとき、45 ~ 90 mPa · s である。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 遊離酸 本品約 3.0 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、薄めたメタノール (1 → 2) 100 mL を加え、密栓して 2 時間振り混ぜた後、ろ過する。共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール (1 → 2) 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液及びろ液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。薄めたメタノール (1 → 2) 120 mL を用いて空試験を行い、補正する。

$$\text{遊離酸の量 (\%)} = \frac{0.8306 \times A}{W}$$

A: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

W: 脱水物に換算した試料の量 (g)

遊離酸の量はフタル酸 (C₈H₆O₄: 166.13) として 3.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (1 g, 直接滴定、ただし、水分測定用メタノールの代わりにエタノール (99.5) /ジクロロメタン混液 (3 : 2) を用いる)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) カルボキシベンゾイル基 本品約 1 g を精密に量り、エタノール (95) /アセトン混液 (3 : 2) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

カルボキシベンゾイル基 (C₈H₆O₃) の含量 (%)

$$= \frac{\frac{1.491 \times A}{W} - 1.795 \times B}{100 - B} \times 100$$

A: 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

B: 遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量 (%)

W: 脱水物に換算した試料の量 (g)

(2) アセチル基 本品約 0.5 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 50 mL を加え、更に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、これに還流冷却器を付け、60 分間煮沸する。冷後、フェノールフタレイン試液 5 滴を加え、0.5 mol/L 塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定する。同様の方法で空試験を行う。

遊離酸及び結合酸のアセチル基 (C₂H₃O) としての含量 (%)

$$= \frac{2.152 \times A}{W}$$

A: 空試験で補正後の消費された 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液の量 (mL)

W: 脱水物に換算した試料の量 (g)

アセチル基 (C₂H₃O) の含量 (%)

$$= \frac{100 \times (P - 0.5182 \times B)}{100 - B} - 0.5772 \times C$$

B: 遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量 (%)

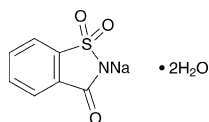
C: カルボキシベンズイル基の含量 (%)

P: 遊離酸及び結合酸のアセチル基 (C₂H₃O) としての含量 (%)

貯法 容器 気密容器。

サッカリンナトリウム

Saccharin Sodium



C₇H₄NNaO₃S · 2H₂O : 241.20

Monosodium 3-oxo-1,2-benzisothiazolinatate 1,1-dioxide dihydrate [6155-57-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、サッカリンナトリウム (C₇H₄NNaO₃S : 205.17) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、味は極めて甘く、10000 倍の水溶液でも甘味がある。

本品は水に溶けやすく、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。

本品は空气中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、蒸発乾固し、炭化しないように注意しながら加熱融解し、アンモニアのおいを発しなくなったとき放冷する。残留物を水 20 mL に溶かし、希塩酸を加えて中性とした後、ろ過する。ろ液に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色～紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g をレゾルシノール 0.04 g とよく混ぜ、硫酸 10 滴を加えて穏やかに加熱し、混合物が暗緑色となったとき、放冷し、水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は緑色の蛍光を発する。

(3) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、塩酸 0.5 mL を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 226 ~ 230 °C である。

(4) 本品の水溶液 (1 → 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 1.5 mL 又はエタノール (95) 50 mL に溶かすとき、液はいずれも無色澄明である。

(2) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は無色である。これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 滴を加えるとき、液は赤色に変わる。

(3) 重金属 本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし、希塩酸 0.7 mL 及び水を加えて 50 mL とし、器壁をガラス棒でこすり、結晶が析出し始めたならば 1 時間放置する。次に乾燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL に希酢酸 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)。

(4) 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)。

(5) 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、酢酸 (31) 5 滴及び塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。また、液は赤紫色～紫色を呈しない。

(6) *o*-トルエンスルホンアミド 本品 10 g を水 50 mL に溶かし、酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、塩化ナトリウム溶液 (1 → 4) 30 mL で洗い、無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて脱水した後、酢酸エチルを留去する。残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に *o*-トルエンスルホンアミド 0.10 g をとり、酢酸エチルに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する *o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、 Q_T は Q_S より大きくない。

内標準溶液 カフェインの酢酸エチル溶液 (1 → 500)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 1 m の管に、ガスクロマトグラフ用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 195 ~ 205 °C の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: カフェインの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

(7) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。ただし、48 ~ 50 °C で 10 分間放置するとき、液の色は色の比較液 A より濃くない。