

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 (%)

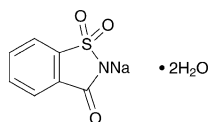
C: カルボキシベンズイル基の含量 (%)

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-benzisothiazolin-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。

乾燥減量 15.0 % 以下 (1 g, 120 °C, 4 時間).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 分液漏斗に入れ, 水 20 mL に溶かし, 希塩酸 2 mL を加え, 生じた沈殿をクロロホルム/エタノール (99.5) 混液 (9 : 1) 50 mL で 1 回, 次に 20 mL ずつで 4 回抽出し, 抽出液を毎回先の混液で潤した脱脂綿を用いてろ過する. 分液漏斗の先端及び脱脂綿は先の混液で洗い, 洗液は抽出液に合わせ, 水浴上で蒸発乾固した後, 残留物を熱湯 75 mL に溶かし, 冷後, 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).

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 20.517 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S}$$

貯法 容器 密閉容器.

サフラン

Saffron

CROCUS

本品はサフラン *Crocus sativus* Linné (*Iridaceae*) の柱頭である.

性状 本品は細いひも状で, 暗黄赤色〜赤褐色を呈し, 長さ 1.5 ~ 3.5 cm, 3 分枝するか又は分離し, 分枝する一端は広がり他方は次第に細まる.

本品は強い特異なおいがあり, 味は苦く, だ液を黄色に染める.

本品を水に浸して軟化し, 鏡検するとき, 柱頭の先端には長さ約 150 μm の多くの突起があり, 少数の花粉粒を伴う.

確認試験 本品に硫酸 1 滴を加えるとき, 暗青色を呈し, 紫色を経て徐々に赤褐色に変わる.

純度試験

(1) アニリン色素 本品 0.05 g にクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は無色であるか又は黄色を呈することがあっても極めてわずかである.

(2) グリセリン, 砂糖又ははちみつ 本品は甘味がない. また, 本品を紙間に圧してもはん点を残さない.

(3) 花柱の黄色部 本品は花柱の黄色部 10.0 % 以上を含まない.

乾燥減量 12.0 % 以下 (6 時間).

灰分 7.5 % 以下.

成分含量 クロシン 本品をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥した後, 粉末とし, その 0.100 g を正確に量り, 温湯 150 mL を加え, しばしば振り混ぜながら 60 ~ 70 °C で 30 分間加温し, 冷後ろ過する. ろ液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. 別に成分含量用カルバジクロムスルホン酸ナトリウム 0.098 g を正確に量り, 水に溶かして正確に 100 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき, 波長 438 nm における試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きい.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 密閉容器.

サラン粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき, 有効塩素 (Cl : 35.45) 30.0 % 以上を含む.

性状 本品は白色の粉末で, 塩素ようのにおいがある.

本品に水を加えるとき, 一部が溶け, 液は赤色リトマス紙を青変し, 次に徐々にこれを脱色する.

確認試験

(1) 本品に希塩酸を加えるとき, 塩素臭のあるガスを発し, このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する.

(2) 本品 1 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ, ろ過した液はカルシウム塩の定性反応 (2) 及び (3) を呈する.

定量法 本品約 5 g を精密に量り, 乳鉢に入れ, 水 50 mL を加えてよくすり混ぜた後, 水を用いて 500 mL のメスフラスコに移し, 水を加えて 500 mL とする. よく振り混ぜ, 直ちにその 50 mL を正確にヨウ素瓶にとり, ヨウ化カリウム試液 10 mL 及び希塩酸 10 mL を加え, 遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

$$0.1 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} = 3.5453 \text{ mg Cl}$$

貯法

保存条件 遮光して, 冷所に保存する.

容器 気密容器.

サリチル酸精

Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき, サリチル酸 ($\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$: 138.12) 2.7 ~ 3.3 w/v% を含む.

製法

サリチル酸	30 g
グリセリン	50 mL
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり, 酒精剤の製法により製する.

性状 本品は無色透明の液である.

比重 d_{20}^{20} : 約 0.86

確認試験 定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する. また, この液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 520 ~ 535 nm に吸収の極大を示す (サリチル酸).

アルコール数 8.8 以上 (第 2 法).

定量法 本品 10 mL を正確に量り, エタノール (95) 10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする. この液 3 mL を正確に量り, pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液とする. 別に定量用サリ