

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).

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

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  $\mu\text{m}$  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

チル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、エタノール（95）10 mL 及び水を加えて溶かし、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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を正確に加え、更に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とする。これらの液につき、水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。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸 (C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

## 複方サリチル酸精

Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき、サリチル酸（ $C_7H_6O_3$ ；138.12）1.8 ～ 2.2 w/v% 及びフェノール（ $C_6H_6O$ ；94.11）0.43 ～ 0.53 w/v% を含む。

製法

サリチル酸	20 g
液状フェノール	5 mL
グリセリン	40 mL
エタノール	800 mL
常水又は精製水	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～淡赤色澄明の液である。

比重  $d_{20}^{20}$ ：約 0.88

確認試験

(1) 本品 1 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて 200 mL とする。この液 5 mL に硝酸鉄（Ⅲ）九水和物溶液（1 → 200）5 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する（サリチル酸）。

(2) 本品 1 mL に水 20 mL 及び希塩酸 5 mL を加え、ジエチルエーテル 20 mL で抽出し、ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗った後、希水酸化ナトリウム試液 10 mL で抽出する。抽出液 1 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置する。次に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えるとき、液は黄色を呈する（フェノール）。

(3) 本品 0.5 mL に希塩酸 5 mL を加え、クロロホルム 5 mL で抽出し、試料溶液（1）とする。また、本品 2 mL に希塩酸 5 mL を加え、クロロホルム 5 mL で抽出し、抽出液を炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回洗い、試料溶液（2）とする。別にサリチル酸及びフェノール 0.01 g ずつをそれぞれクロロホルム 5 mL に溶かし、標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液

5  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/酢酸（100）混液（45：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液（1）及び標準溶液（1）から得たスポットの  $R_f$  値は等しく、試料溶液（2）及び標準溶液（2）から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。また、この薄層板に塩化鉄（Ⅲ）試液を均等に噴霧するとき、標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液（1）から得たスポットは、紫色を呈する。

アルコール数 7.5 以上（第 2 法）。

定量法 本品 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用サリチル酸をデシケーター（シリカゲル）で 3 時間乾燥し、その約 0.2 g 及び定量用フェノール約 0.05 g を精密に量り、薄めたメタノール（1 → 2）に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に薄めたメタノール（1 → 2）を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15  $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比  $Q_{Ts}$  及び  $Q_{Tb}$  並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比  $Q_{Ss}$  及び  $Q_{Sb}$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{サリチル酸 (C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{Q_{Ts}}{Q_{Ss}} \times \frac{1}{5} \\ & \text{フェノール (C}_6\text{H}_6\text{O) の量 (mg)} \\ &= \text{定量用フェノールの量 (mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

内標準溶液 テオフィリンのメタノール溶液（1 → 1250）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 25 ～ 30 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）

流量：サリチル酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：安息香酸 0.2 g、サリチル酸 0.2 g 及びテオフィリン 0.05 g を薄めたメタノール（1 → 2）100 mL に溶かす。この液 10 mL に薄めたメタノール（1 → 2）90 mL を加える。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、安息香酸、サリチル酸、テオフィリンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 気密容器。