

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 μL 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

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ラウリル硫酸ナトリウム

Sodium Lauryl Sulfate

本品は主としてラウリル硫酸ナトリウム (C₁₂H₂₅NaO₄S : 289.39) からなるアルキル硫酸ナトリウムである。

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくい。

本品 1 g は水 10 mL に澄明に又は混濁して溶け、これを振り混ぜるとき、泡立つ。

確認試験

(1) 総アルコール量で得た残留物 0.2 g に臭素・シクロヘキサン試液 4 mL を加えてよく振り混ぜた後、*N*-ブロモサクシンイミド 0.3 g を加え、80 °C の水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 10) に希塩酸を加えて酸性とし、穏やかに煮沸した液は、冷後、硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アルカリ 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし、フェノールレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.60 mL を加えるとき、液は黄色である。

(2) 塩化ナトリウム 本品約 5 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、必要ならば希硝酸を加えて中性とし、0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 5 mL を正確に加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬：フルオレセインナトリウム試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

塩化ナトリウム (NaCl : 58.44) の量は次の硫酸ナトリウム (Na₂SO₄ : 142.04) の量と合わせて 8.0 % 以下である。

(3) 硫酸ナトリウム 本品約 1 g を精密に量り、水 10 mL に溶かし、エタノール (95) 100 mL を加えて沸点近くで 2 時間加熱し、温時、沈殿をガラスろ過器 (G4) でろ過し、沸騰エタノール (95) 100 mL で洗い、水 150 mL で

溶かして洗い込み、塩酸 10 mL を加えて沸騰するまで加熱し、塩化バリウム試液 25 mL を加え、一夜放置する。沈殿をろ取り、洗液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い、乾燥し、徐々に温度を上げ 500 ~ 600 °C で恒量になるまで強熱した後、質量を量り、硫酸バリウム (BaSO₄ : 233.39) の量とする。

硫酸ナトリウム (Na₂SO₄) の量 (mg)
= 硫酸バリウム (BaSO₄) の量 (mg) × 0.6086

(4) 未反応アルコール 本品約 10 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、エタノール (95) 100 mL を加えて分液漏斗に入れ、石油ベンジン 50 mL ずつで 3 回抽出する。乳化して分離しにくいときは、塩化ナトリウムを加える。全石油ベンジン抽出液を合わせ、水 50 mL ずつで 3 回洗い、水浴上で石油ベンジンを留去し、次に 105 °C で 30 分間乾燥し、質量を量るとき、その量は 4.0 % 以下である。

水分 5.0 % 以下 (0.5 g, 直接滴定)。

総アルコール量 本品約 5 g を精密に量り、水 150 mL 及び塩酸 50 mL を加え、還流冷却器を付け、4 時間煮沸する。冷後、ジエチルエーテル 75 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し、次に 105 °C で 30 分間乾燥し、質量を量るとき、その量は 59.0 % 以上である。

貯 法 容 器 密閉容器。

ラウロマクロゴール

Lauromacrogol

ポリオキシエチレンラウリルアルコールエーテル

本品はラウリルアルコールに酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルである。

性 状 本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色のワセリンよう若しくはろう状の固体で、特異なにおいがあり、味はやや苦く、わずかに刺激性である。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすい。

本品は水に溶けやすいか、又は微細な油滴状となる。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、次にクロロホルム 5 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品 0.35 g を四塩化炭素 10 mL に溶かした液につき、赤外吸収スペクトル測定法の溶液法により、0.1 mm の固定セルを用いて測定するとき、波数 1347 cm⁻¹、1246 cm⁻¹ 及び 1110 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 酸 本品 10.0 g をフラスコに入れ、中和エタノール 50 mL を加え、水浴上で 1 ~ 2 回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱する。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5.3 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 不飽和化合物 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜ、臭素試液 5 滴を加えるとき、試液の色は消えな

い。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 気密容器。

ラッカセイ油

Peanut Oil

OLEUM ARACHIDIS

落花生油

本品はラッカセイ *Arachis hypogaea* Linné (*Leguminosae*) の種子から得た脂肪油である。

性状 本品は微黄色澄明の油で、においはないか、又はわずかににおいがあり、味は緩和である。

本品はジエチルエーテル又は石油エーテルと混和する。

本品はエタノール (95) に溶けにくい。

比重 d_{20}^{20} : 0.909 ~ 0.916

脂肪酸の凝固点: 22 ~ 33 °C

確認試験 本品 5 g に水酸化ナトリウム溶液 (3 → 10) 2.5 mL 及びエタノール (95) 12.5 mL を加え、煮沸してけん化した後、蒸発してエタノールを除き、残留物を温湯 50 mL に溶かし、これに過量の希塩酸を加え、脂肪酸を遊離させる。この液を冷却して分離した脂肪酸をとり、ジエチルエーテル 75 mL に溶かし、酢酸鉛 (II) 三水和物 1 g をエタノール (95) 40 mL に溶かした液を加え、18 時間放置した後、液をろ過器に傾斜してろ過し、沈殿はジエチルエーテルを用いてこのろ過器に洗い込み吸引ろ過する。沈殿をビーカーに移し、希塩酸 40 mL 及び水 20 mL を加えて加熱し、油層が全く澄明となったとき、これを冷却して水層を傾斜して除く。脂肪酸に薄めた塩酸 (1 → 100) 50 mL を加え、煮沸した後、冷却して水層を除く。薄めた塩酸 (1 → 100) 50 mL を用い、更に 1 回この操作を繰り返した後、脂肪酸 0.1 g をとり、エタノール (95) 10 mL に溶かし、これに硫化ナトリウム試液 2 滴を加えても暗色を呈しなくなったとき、脂肪酸を凝固させる。これをろ紙の間で圧して水分を除き、薄めたエタノール (9 → 10) 25 mL を加え、わずかに加温して溶かし、15 °C に冷却して脂肪酸を析出させた後、ろ取し、薄めたエタノール (9 → 10) 20 mL で洗浄する。薄めたエタノール (9 → 10) 25 mL 及び 20 mL を用い、更に 1 回この操作を繰り返した後、デシケーター (酸化リン (V), 減圧) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 73 ~ 76 °C である。

酸価 0.2 以下。

けん化価 188 ~ 196

不けん化物 1.5 % 以下。

ヨウ素価 84 ~ 103

貯法 容器 気密容器。

加水ラノリン

Hydrous Lanolin

本品は「精製ラノリン」に水を加えたもので、「精製ラノリン」70 ~ 75 % を含む (蒸発残分による)。

性状 本品は黄白色の軟膏よう物質で、敗油性でないわずかに特異なおいがある。

本品はジエチルエーテル又はシクロヘキサンに溶け、このとき、水分を分離する。

本品を水浴上で加熱して溶かすとき、澄明な油層及び水層に分離する。

融点: 約 39 °C

確認試験 本品 1 g をシクロヘキサン 50 mL に溶かし、分離した水を除く。シクロヘキサン液 1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき、境界面は赤褐色を呈し、硫酸層は緑色の蛍光を発する。

酸価 1.0 以下。

ヨウ素価 18 ~ 36 本品を水浴上で加熱し、ほとんど水分を蒸発した後、その約 0.8 g を 500 mL の共栓フラスコ中に精密に量り、シクロヘキサン 10 mL に溶かし、次にハヌス試液 25 mL を正確に加え、よく振り混ぜる。液が澄明にならないときは、更にシクロヘキサンを追加して澄明とした後、密栓し、遮光して 20 ~ 30 °C で 1 時間時々振り混ぜながら放置する。次にヨウ化カリウム溶液 (1 → 10) 20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜた後、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: デンブン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$\text{ヨウ素価} = \frac{(a - b) \times 1.269}{\text{試料の量 (g)}}$$

a : 空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)。

b : 試料の試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)。

純度試験

(1) 液性 本品 5 g に水 25 mL を加え、10 分間煮沸し、冷後、水を加えてもとの質量とし、水層を分取するとき、その水層は中性である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g に水 40 mL を加え、10 分間煮沸し、冷後、水を加えてもとの質量とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希硝酸 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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える (0.036 % 以下)。

(3) アンモニア (1) の水層 10 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 水溶性有機物 (1) の水層 5 mL に 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.25 mL を加え、5 分間放置するとき、液の紅色は消えない。

(5) ワセリン 蒸発残分の残留物を乾燥したもの 1.0 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。同様にワセリン 0.020 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1:1) 10 mL に溶かし、標準溶液とする。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 25 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソオクタンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 → 2) を均等に噴霧し、80 °C で 5 分間加熱する。冷後、これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、ワセリンのスポットと同じ位置にワセリンと同じ蛍光を発するスポットを認めない。ただし、この試験には、イソオクタンを用いてあ