

(別添)

1. 新たに成分規格を設定する9品目

イソアルファー苦味酸、高級脂肪酸（カプリル酸）、高級脂肪酸（カプリン酸）、高級脂肪酸（ステアリン酸）、高級脂肪酸（パルミチン酸）、高級脂肪酸（ベヘニン酸）、高級脂肪酸（ミリスチン酸）、高級脂肪酸（ラウリン酸）、生石灰

2. 成分規格を改正する1品目

アセト酢酸エチル

成分規格案

1. 新たに成分規格を設定する品目

イソアルファー苦味酸

Iso- α -bitter Acids

イソアルファー酸

定 義 本品は、ホップ (*Humulus lupulus* L.) の花から得られた、イソフムロン類を主成分とするものである。

含 量 本品は、イソアルファー苦味酸 20.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄褐色の液体で特異なおいがあり、強い苦味がある。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には標準液の主ピークと保持時間の一致するピークを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フ
レーム方式)

(2) ヒ素 As として $1.5\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g、第4法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置
B)

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) を加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 50mL とし、検液とする。濁りがある場合には、メンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過する。別に、定量用イソアルファー苦味酸約 50mg を精密に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 50mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。このとき、標準液にはイソコフムロン、イソフムロン、イソアドフムロンの順で主ピークが現れる。検液においてイソコフムロンからイソアドフムロンまでの保持時間に現れるすべてのピークの面積を合計し、次式によりイソアルファー苦味酸の含量を求める。

$$\text{イソアルファー苦味酸含量 (\%)} = \frac{a \times b \times A_A}{M \times A_S \times 1000}$$

ただし、a：定量用イソアルファー苦味酸の採取量 (mg)

b：定量用イソアルファー苦味酸の中のイソアルファー苦味酸の含量 (%)

A_A ：検液のイソコフムロンからイソアドフムロンまでの保持時間に現れるすべてのピークの面積の合計

A_S ：標準液の主ピークの面積の合計

M：試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 270nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C

移動相 メタノール/水/リン酸混液 (75 : 24 : 1)

流量 1 mL/分

[試薬・試液]

イソアルファー苦味酸、定量用 本品は、ホップ標準品国際検討委員会が認めた濃度既知の国際校正用標準物質 (DCHA-Iso) であり、イソコフムロン、イソアドフムロン、イソコフムロン及びその異性体の混合物である。総イソアルファー苦味酸の量 (%) をイソアルファー苦味酸の含量 (%) として用いる。

定量用イソアルファー苦味酸 イソアルファー苦味酸、定量用を見よ。

リン酸試液 (0.1mol/L) リン酸 11.5 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

高級脂肪酸 (カプリル酸)

Higher Fatty Acid (Caprylic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸 (動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。) のうちカプリル酸を主成分とするものである。

含量 本品は、カプリル酸 ($C_8H_{16}O_2=144.21$) 50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリル酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 380~395

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンの洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリル酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のカプリル酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリル酸の含量を求める。ただし、カプリル酸メチルは、標準液中のカプリル酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリル酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリル酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを $0.2\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 $1.0\text{mL}/\text{分}$ の一定量

注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

カプリル酸メチル オクタン酸メチルを見よ。

オクタン酸メチル $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2$ [111-11-5]

本品は、無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.415\sim 1.420$

密度 $0.874\sim 0.880\text{ g/mL (20}^\circ\text{C)}$

高級脂肪酸 (カプリン酸)

Higher Fatty Acid (Capric Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちカプリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、カプリン酸（ $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{O}_2=172.26$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 321～333

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 μL ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のカプリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリン酸の含量を求める。ただし、カプリン酸メチルは、標準液中のカプリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}$ C

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

カプリン酸メチル デカン酸メチルを見よ。

デカン酸メチル $C_{11}H_{22}O_2$ [110-42-9]

本品は、無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.424\sim 1.427$

比重 $d_{20}^{20}=0.872\sim 0.876$

高級脂肪酸 (ステアリン酸)

Higher Fatty Acid (Stearic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸(動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。)のうちステアリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ステアリン酸 ($C_{18}H_{36}O_2=284.48$) 50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステアリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 4.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン/クロロホルム混液 (1 : 1) 20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 194~210

(2) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として 3 μ g/g 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 µL ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステル（検出した全てのピークの面積）のピーク面積 A_T を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の含量を求める。ただし、ステアリン酸メチルは、標準液中のステアリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ステアリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2µm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

高級脂肪酸（パルミチン酸）

Higher Fatty Acid (Palmitic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちパルミチン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、パルミチン酸（ $C_{16}H_{32}O_2 = 256.42$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のパルミチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 2.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 212～222

(2) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として 3 μ g/g 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にパルミチン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 μ L ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のパルミチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステル（検出した全てのピークの面積）のピーク面積 A_T を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のパルミチン酸の含量を求める。ただし、パルミチン酸メチルは、標準液中のパルミチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からパルミチン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{パルミチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}$ C

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

高級脂肪酸（べヘニン酸）

Higher Fatty Acid (Behenic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちベヘニン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ベヘニン酸（ $C_{22}H_{44}O_2=340.58$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のベヘニン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 3.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 160～175

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下（2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式）

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下（0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B）

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にベヘニン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のベヘニン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のベヘニン酸の含量を求める。ただし、ベヘニン酸メチルは、標準液中のベヘニン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からベヘニン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ベヘニン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250℃
検出器温度 250℃
キャリアーガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

ベヘニン酸メチル ドコサン酸メチルを見よ。

ドコサン酸メチル $C_{23}H_{46}O_2$ [929-77-1]

本品は、無色の結晶性の粉末である。

融点 53～56℃

高級脂肪酸（ミリスチン酸）

Higher Fatty Acid (Myristic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちミリスチン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ミリスチン酸（ $C_{14}H_{28}O_2=228.38$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のミリスチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0 以下

純度試験 (1) 酸価 240～250

(1) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(2) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンの洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にミリスチン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ

れ1 μ L ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のミリスチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステル A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のミリスチン酸の含量を求める。ただし、ミリスチン酸メチルは、標準液中のミリスチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からミリスチン酸メチルの保持時間の1.5倍までとする。

$$\text{ミリスチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ50mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用100%シアノプロピルポリシロキサンを0.2 μ mの厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}$ C

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

ミリスチン酸メチル テトラデカン酸メチルを見よ。

テトラデカン酸メチル $C_{15}H_{30}O_2$ [124-10-7]

本品は、無色透明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.434\sim 1.438$

比重 $d_{20}^{20}=0.853\sim 0.873$

高級脂肪酸（ラウリン酸）

Higher Fatty Acid (Lauric Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちラウリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ラウリン酸（ $C_{12}H_{24}O_2=200.32$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のラウリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0以下

純度試験 (1) 酸価 275~285

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にラウリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のラウリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のラウリン酸の含量を求める。ただし、ラウリン酸メチルは、標準液中のラウリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からラウリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ラウリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

生石灰

Quicklime

定義 本品は、石灰石を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

含 量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム (CaO=56.08) 93.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～灰白色の塊、粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品 1 g を水で潤すとき発熱し、更にこれに 5 mL の水を加えて懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20mL 及び酢酸(1→3) 6 mL を加えた後、ろ過するとき、ろ液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

あらかじめ、ろつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g を量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、沸騰させる。冷後、必要な場合には、塩酸を加えて酸性とし、先のガラスろ過器でろ過する。ガラスろ過器上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 105°C で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(2) 炭酸塩 本品 2.0 g を量り、水 50mL を加えてよく振り混ぜた後、塩酸(1→4) 25mL を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g、第 5 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

本品をろつぼに量り、徐々に加熱して炭化させた後、蓋をして 500°C で強熱する。残留物に、塩酸(1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合には、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)の量を 50mL に変更し、指示薬にはブロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

本品約 0.5 g を精密に量り、水 30mL 及び塩酸(1→4) 15mL を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、直ちにシュウ酸二水和物溶液(3→50) 40mL を加え、激しくかき混ぜる。これにメチルレッド試液 2 滴を加え、液が黄色を呈するまでアンモニア試液を滴加してカルシウムを沈殿させる。この液を水浴上で 1 時間加熱し、冷後、水を加えて 100mL とし、よく混合した後、ろ過する。ろ液 50mL をあらかじめ 800°C で 30 分強熱して、デシケーター中で放冷し、質量を精密に量った白金製のろつぼに入れ、硫酸 0.5mL を加え蒸発乾固した後、恒量になるまで 800°C で強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) バリウム Ba として 300 µg/g 以下

本品 1.50 g を量り、水を加え泥状にし、塩酸(1→4) 20mL を加えて溶かし、水を加えて 30mL とし、ろ過する。ろ液 20mL を量り、検液とし、酢酸ナトリウム 2 g、酢酸

(1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液 (1→20) 0.5 mL を加え、15 分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液 0.30 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、以下検液と同様に操作した液を用いる。

(6) ヒ素 As として $3 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B)

本品に塩酸 (1→4) 8 mL を加えて溶かし、検液とする。

強熱減量 10.0%以下 (800°C、恒量)

定量法 本品を強熱し、その約 1.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 2.804 mg CaO

2. 成分規格を改正する品目

アセト酢酸エチル

Ethyl Acetoacetate

改正後	改正前
<p>純度試験 酸価 5.0 以下 (香料試験法)。 <u>ただし、指示薬には、ブロモクレゾールパープル試液を用いる。</u></p> <p>[試薬・試液] <u>ブロモクレゾールパープル $\text{C}_{21}\text{H}_{16}\text{Br}_2$</u> <u>$\text{O}_5\text{S}$ [K8841、特級] [115-40-2]</u> <u>ブロモクレゾールパープル試液</u> ブロモクレゾールパープル 50mg をエタノール (95) 100mL に溶かし、必要な場合には、ろ過する。</p>	<p>確認試験 酸価 5.0 以下 (香料試験法)。</p> <p>[試薬・試液] (新設)</p>