

(別紙)

## 加工デンプン 11 品目

(アセチル化アジピン酸架橋デンプン、アセチル化リン酸架橋デンプン、アセチル化酸化デンプン、オクテニルコハク酸デンプンナトリウム、酢酸デンプン、酸化デンプン、ヒドロキシプロピルデンプン、ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン、リン酸モノエステル化リン酸架橋デンプン、リン酸化デンプン及びリン酸架橋デンプン)

### 1. 使用基準 (案)

設定しない。

### 2. 成分規格 (案)

#### アセチル化アジピン酸架橋デンプン

#### Acetylated Distarch Adipate

**定 義** 本品は、デンプンを無水酢酸及び無水アジピン酸でエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品の懸濁液 (1→20) にヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。

(2) 本品 2.5 g を、塩酸 (1→10) 10 ml 及び水 70ml を加えて懸濁し、還流冷却管をつけて約 3 時間加熱する。冷後、この液 0.5 ml を沸騰したフェーリング試液 5ml に加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5g に炭酸ナトリウム試液 10ml を加えて 5 分間煮沸し、希硫酸 10ml を加えるとき、酢酸のにおいを発する。

**純度試験** (1) アジピン酸基 0.135%以下

#### (i) 総アジピン酸測定用検液

本品約 1g を精密に量り、三角フラスコに入れ、水 50ml を加え、更に内標準溶液 1ml を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウム溶液(4→25)50ml を加え、5 分間振とうする。ただし、内標準溶液は、グルタル酸 0.10g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 ml とする。フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20ml を注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移し、三角フラスコを少量の水で洗い、洗液を分液漏斗に入れる。酢酸エチル 100ml ずつで 3 回抽出し、酢酸エチル層を合わせ、無水硫酸ナトリウム 20g を加えて時々振り混ぜながら 10 分間放置し

た後、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物を酢酸エチル 50ml で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、6.7kPa の減圧下、40℃以下で酢酸エチルを留去し、さらに窒素気流で酢酸エチルを完全に除去する。酢酸エチルの留去はできるだけすみやかに行う。次いで、残留物にピリジン 2ml 及び N,O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセタミド 1ml を加えて栓をし、残留物を溶解する。1 時間放置後、2ml をガラス製バイアル瓶にとり、直ちに密封し、総アジピン酸測定用検液とする。

(ii) 遊離アジピン酸測定用検液

本品約 5 g を精密に量り、三角フラスコに入れ、水 100ml を加え、更に内標準溶液 1ml を正確に加える。1 時間振とう後、メンブランフィルター(孔径 0.45 μ m)でろ過し、ろ液に塩酸 1ml を加え、分液漏斗に移す。ただし、アルファー化デンプンの場合は、メンブランフィルターでろ過せず、懸濁液に塩酸 1ml を加え、分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用検液と同様に操作し、遊離アジピン酸測定用検液とする。

(iii) 標準液

アジピン酸 0.10g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100ml とする。この液 1ml, 5ml, 10ml 及び 20ml を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 50ml とし、4 濃度の標準原液とする。4 個の三角フラスコに、同じ植物を基原とする未加工デンプン 1.0g ずつを量り、水 50ml を加え、更に内標準溶液 1ml を正確に加える。各フラスコに、濃度の異なる標準原液 5ml を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウム溶液(4→25)50ml を加え、5 分間振とうする。各フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20ml を注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用試験溶液と同様に操作し、4 濃度の標準液とする。

総アジピン酸測定用検液、遊離アジピン酸測定用検液及び 4 種類の標準液をそれぞれ 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。4 種類の標準液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比と標準液に含まれるアジピン酸濃度から検量線を作成する。総アジピン酸測定用検液及び遊離アジピン酸測定用検液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比を求め、検量線より両検液中のアジピン酸濃度を求める。次式によりアジピン酸基の含量を求める。

$$\text{アジピン酸基の含量} = \left( \frac{C_T}{W_T} - \frac{C_F}{W_F} \right) \times 300$$

ただし、 $W_T$ ：総アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料採取量(g)

$W_F$ ：遊離アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料採取量(g)

$C_T$ ：総アジピン酸測定用検液中のアジピン酸濃度(g/ml)

$C_F$ ：遊離アジピン酸測定用検液中のアジピン酸濃度(g/ml)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250℃

カラム 内径 0.25mm, 長さ 15m のケイ酸ガラス製の細管に, ガスクロマトグラフィ用 50%ジフェニル-50%ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 120℃で 5 分保持, その後 150℃まで毎分 5℃で昇温する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (30 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 アジピン酸の保持時間が約 8 分に, グルタル酸の保持時間が約 5 分になるように調整する。

(2) アセチル基 2.5%以下

本品約 5 g を精密に量り, 三角フラスコに入れ, 水 50ml を加えて懸濁する。ただし, アルファー化デンプン及び水可溶デンプンについては, 水の量は 100ml とする。フェノールフタレイン試液数滴を加え, 液が微紅色を呈するまで 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を滴下する。0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25ml を正確に加え, 栓をして, 30 分間激しく振り混ぜる。栓を取り, すり合わせ部分及びフラスコの内壁を少量の水で洗い込み, 検液とする。検液中の過量の水酸化ナトリウムを 0.2mol/L 塩酸で滴定し, その消費量を S ml とする。終点は液の微紅色が消えるときとする。別に 0.45mol/L 水酸化ナトリウム 25ml を 0.2mol/L 塩酸で滴定し, その消費量を B ml とする。次式により, アセチル基の含量を求める。

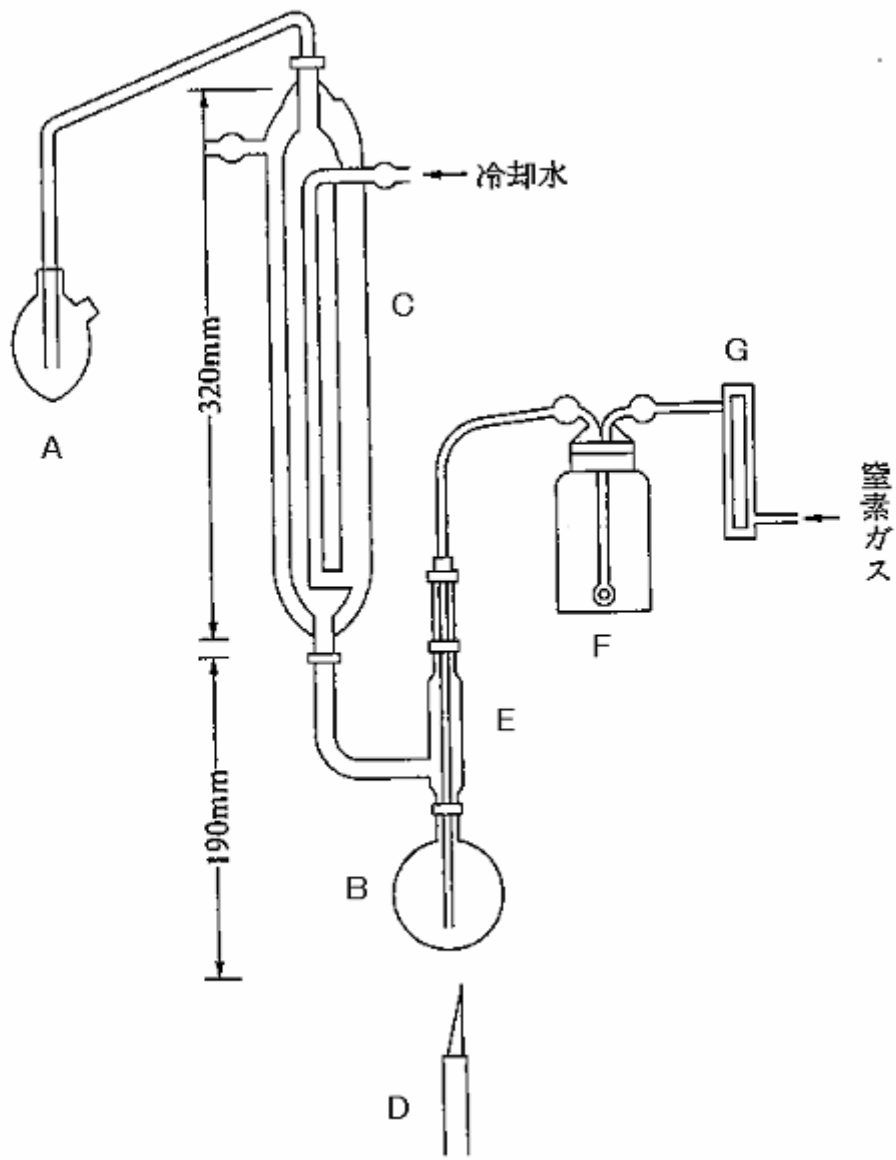
$$\text{アセチル基 (CH}_3\text{CO}^-) \text{ の含量} = \frac{(B-S) \times 0.2 \times 0.043}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

(3) 鉛 Pb として 2.0 μ g/g 以下(5.0g, 第 1 法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0 μ g/g以下(0.50g, 第 3 法, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50 μ g/g 以下

(i) 装置 概略は, 次の図による。



A : 50 ml ナシ型フラスコ

B : 100 ml 丸底フラスコ

C : 二重冷却管

D : ミクロバーナー

E : ガラスキャピラリー

F : 脈流防止瓶

G : 流量計

(ii) 操作法

あらかじめ装置を組み立て、フラスコAに 0.1mo/L水酸化ナトリウム溶液 20 ml を入れ、装置に取り付ける。次にフラスコBに蒸留水 20ml, 5%ジメドンエタノー

ル試液 1ml, アジ化ナトリウム溶液 (1→100) 1ml, エタノール 2ml, シリコーン樹脂 2 滴及びリン酸 (1→4) 10mlを入れ, 装置に取り付ける。窒素ガスを流量計Gを通じて 1 分間に 0.5~0.6Lの速さで 5 分間通気する。次にフラスコBをはずし, 本品 2.0gを正確に量り, 速やかに入れ, フラスコBを再び装置に取り付け, ミクロバーナーDの高さを 4~5cmとし, 窒素ガスを 1 分間に 0.5~0.6Lの速さで流しながら, フラスコBを約 10 分間加熱する。フラスコAをはずし, 試料液とする。試料液 5mlを正確に量り, 水 0.1mlを加えたものをA液とし, 別に, 試料液 5mlを正確に量り, 0.3%過酸化水素溶液 0.1mlを加えたものをB液とする。A液及びB液のそれぞれに, パラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液 1 mlずつを正確に加え, よく振り混ぜ, 室温で 15 分間放置し, 検液A及びBとする。0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を対照とし, 波長 580nmにおける吸光度 $A_A$ 及び $A_B$ を測定し,  $A_A - A_B$ を求める。別に, 亜硫酸水素ナトリウム 0.1625gを正確に量り, 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に溶かして 100mlとする。この液 1mlを正確に量り, 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で 100mlとする。この液 1, 2, 3, 4ml及び 5mlをそれぞれ正確に量り, それぞれに 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてそれぞれ正確に 25mlとし, 標準原液とする。それぞれの標準原液につき, 検液と同様に操作し, それぞれの標準液A及びBとし,  $A_A - A_B$ を求め, 検量線を作成する。検量線より, 検液中の二酸化硫黄濃度 ( $\mu$  g/ml) を求め, 次式により二酸化硫黄の含量( $\mu$  g/g)を求める。

$$\text{二酸化硫黄の含量} = \frac{\text{検液中の二酸化硫黄濃度} (\mu \text{ g/ml}) \times 20}{\text{乾燥物換算した試料の採取量} (\text{g})} (\mu \text{ g/g})$$

**乾燥減量** 21.0%以下(120°C, 13.3kPa 以下, 4 時間)

**アセチル化酸化デンプン**  
**Acetylated Oxidized Starch**

[68187-08-6]

**定義** 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒でわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

(4) カルボキシ基

本品 0.05g をメチレンブルー溶液(1→100)25ml に懸濁し、時々かくはんしながら 5～10 分間放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物を水で洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するデンプン粒を認める。ただし、アルファー化デンプンについては、本品 0.05g をメチレンブルー・メタノール溶液(1→100)25ml に懸濁し、一晩放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物をメタノールで洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するでん粉粒の断片を認める。

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) カルボキシ基 1.3%以下

本品 3.00g を正確に量り、ビーカーに入れる。ただし、本品は、必要があれば、あらかじめ、吸湿しないように注意しながらすりつぶし、標準網ふるい 840  $\mu\text{m}$  を通過させ、よく混合したものをを用いる。0.1mol/L 塩酸 25ml を加え、時々かき混ぜながら 30 分間放置した後、吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込む。ろ紙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浄する。残留物をビーカーに入れ、水 300ml を加えて懸濁し、かくはんしながら水浴中で加熱して糊化させ、更に 15 分間加熱する。水浴から取り出し、熱いうちに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、その消費量を S ml とする (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に同量の試料を量り、ビーカーに入れ、水 10ml を加えて懸濁し、30 分間かくはんする。懸濁液を吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込み、ろ紙上の残留物を水 200ml で洗う。残留物に水 300ml を加えて懸濁し、以下本試験と同様に操作し、その消費量を B ml とする。ただし、アルファー化デンプンについては、0.1mol/L 塩酸の代わりに塩酸の 80vol%エタノール溶液 (9→1,000) を、水の代わりに 80vol%エタノール溶液を用い、必要があれば、吸引ろ過にフィルターホルダーを用いる。次式

よりカルボキシ基の含量を求める。

$$\text{カルボキシ基(-COOH)の含量} = \frac{(S-B) \times 0.0045}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

ただし、バレイショデンプンを基原とするもの場合は、「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用し、リンの含量 P %を求め、その寄与分を次式により算出し、先に求めたカルボキシ基の含量より差し引いて補正する。

$$\text{リンによる寄与} = \frac{2 \times 45.02 \times P}{30.97} (\%)$$

- (3) 鉛 Pb として  $2.0 \mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第1法)
- (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 装置B)
- (5) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4時間)

**アセチル化リン酸架橋デンプン**  
**Acetylated Distarch Phosphate**

[68130-14-3]

**定 義** 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リン及び無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル 0.1  $\mu$ g/g 以下

乾燥物換算して 5.0 g に対応する量の本品を量り、かくはん子を入れた 20ml の専用バイアル瓶に入れ、水 5ml を正確に加えて密栓し、20 分間かくはんし、検液とする。別に、酢酸ビニル 0.05g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準原液とする。この液 5ml を正確に量り、乾燥物換算して 5g に対応する量の同じ植物を基原とする未加工デンプン及びかくはん子を入れた 20ml の専用バイアル瓶に加えて密栓し、20 分間かくはんし、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の酢酸ビニルのピーク面積は、標準液の酢酸ビニルのピーク面積を超えない。

**操作条件**

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250°C

カラム 内径 0.25mm、長さ 10m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼンポリマーを 3  $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 110°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C

注入方式 スプリット(10:1)

キャリアーガス 窒素

流量 酢酸ビニルのピークが約 9 分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70°C

バイアル内平衡時間 30 分



注入ライン温度 80℃

注入量 1.0ml

(3) リン Pとして 0.14%以下

本品約 10g を精密に量り、蒸発皿に入れ、酢酸亜鉛試液 10 ml を試料に均一になるように加える。ホットプレート上で注意しながら蒸発乾固し、温度を上げて炭化する。その後、電気炉に入れ、炭化物がなくなるまで、550℃で 1～2 時間加熱する。冷後、水 15ml を加え、器壁を硝酸 (1→3) 5ml で洗い込む。加熱して沸騰させ、冷後、200ml のメスフラスコに移し、蒸発皿を水 20 ml ずつで 3 回洗い、洗液を合わせ、水を加えて 200ml とする。この液の、P として 1.5 mg を超えない一定量 V ml を正確に量り、100ml のメスフラスコに入れ、硝酸 (1→3) 10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置した後、検液とする。別に、リン酸一カリウム標準液 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 5, 10, 15ml を正確に量り、それぞれ 100ml のメスフラスコに入れ、それぞれのフラスコに、硝酸 (1→3) 10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置し、標準液とする。硝酸 (1→3) 10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置した液を対照液とし、検液及び標準液の 460nm における吸光度を測定し、得られた検量線から検液中のリン濃度を求め、次式によりリンの含量を求める。

$$\text{リン(P)の含量} = \frac{\text{検液中のリン濃度 (mg/ml)} \times 2000}{V \times \text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

(4) 鉛 Pb として 2.0  $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0  $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置B)

(6) 二酸化硫黄 50  $\mu$ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4 時間)

## オクテニルコハク酸デンプンナトリウム

### Starch Sodium Octenyl Succinate

**定義** 本品は、デンプンを無水オクテニルコハク酸でエステル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) 残存オクテニルコハク酸 0.8%以下

本品約 0.1g を精密に量り、メタノール 20ml を加え、18 時間以上振とうする。毎分約 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液 10ml を正確に量り、減圧下、40℃で乾固し、水を加えて溶かし、正確に 5ml とし、検液とする。別に、無水オクテニルコハク酸約 0.02g を精密に量り、0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 10ml を加え、80℃で 3 時間加熱する。冷後、リン酸 (1→200) 8ml を加え、更に水を加えて正確に 20ml とする。この液 2ml を正確に量り、水を加えて 20ml とする。この液 1, 2, 5, 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 20ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μl ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のオクテニルコハク酸の二つのピークの面積を測定し、その和を用いて、無水オクテニルコハク酸の検量線を作成する。検液のオクテニルコハク酸の二つのピークの面積を測定し、その和から、検量線を用いて検液中の無水オクテニルコハク酸としての濃度(μg/ml)を求める。次式により、試料中の残存オクテニルコハク酸の含量を求める。

残存オクテニルコハク酸(C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>)の含量

$$= \frac{\text{検液中の無水オクテニルコハク酸濃度} (\mu\text{g/ml}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \times 1,000} \quad (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 205nm)

カラム充てん剤 5 μm 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 4.6 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 リン酸 (1→1,000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約 9 分になるように調整する。

(2) オクテニルコハク酸基 3.0%以下

本品約 0.02g を精密に量り、0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 10ml を加えて溶かし、密栓して 80℃で 3 時間加熱する。冷後、リン酸 (1→200) 8ml を加えて、更に水を加えて正確に 20ml とし、検液とする。純度試験(1)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のオクテニルコハク酸の二つのピークの面積を測定し、その和から、純度試験(1)の検量線を用いて検液中の無水オクテニルコハク酸としての濃度( $\mu$  g/ml)を求める。次式により試料中の総オクテニルコハク酸の含量 (%) を求め、更に、試料中のオクテニルコハク酸基の含量 (%) を求める。

総オクテニルコハク酸( $C_{12}H_{20}O_4$ )の含量

$$= \frac{\text{検液中の無水オクテニルコハク酸濃度}(\mu \text{ g/ml}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量}(\text{g}) \times 500} (\%)$$

オクテニルコハク酸基の含量

$$= \text{総オクテニルコハク酸の含量} - \text{残存オクテニルコハク酸の含量}(\%)$$

(3) 鉛 Pb として 2.0  $\mu$  g/g 以下 (5.0 g, 第 1 法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0  $\mu$  g/g以下 (0.50g, 第 3 法, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50  $\mu$  g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4 時間)

**酢酸デンプン**  
**Starch Acetate**

[9045-28-7]

**定 義** 本品は、デンプンを無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル 0.1  $\mu$ g/g 以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pb として 2.0  $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0  $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50  $\mu$ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4時間)

酸化デンプン  
Oxidized Starch

**定義** 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) カルボキシ基

「アセチル化酸化デンプン」の確認試験(4)を準用する。

**純度試験** (1) カルボキシ基 1.1%以下

「アセチル化酸化デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 鉛 Pb として  $2.0 \mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン  
Hydroxypropyl Distarch Phosphate

[53124-00-8]

**定 義** 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化し、酸化プロピレンでエーテル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) ヒドロキシプロピル基 7.0%以下

本品約 0.1g を精密に量り、0.5mol/L 硫酸 25ml を加えて水浴中で加熱して溶かし、冷後、水で正確に 100ml とする。必要に応じてヒドロキシプロピル基が 4mg/100ml 以上とならないように希釈し、試料液とする。試料液 1ml を正確に量り、25ml の目盛り付試験管に入れ、冷水で冷却しながら硫酸 8ml を滴下する。よくかくはんした後、水浴中で正確に 3 分間加熱し、直ちに氷水中で冷却する。冷後、加工デンプン用ニンヒドリン試液 0.6ml を注意しながら管壁に沿って加え、直ちに振り混ぜ、25℃の水浴中に 100 分間放置する。硫酸を加えて 25 ml とし、栓をして静かに数回上下を反転させ、検液とし、直ちに吸光度測定用のセルに移し、正確に 5 分後に、対照液に対する 590nm の吸光度を測定する。ただし、対照液は、同じ植物を基原とする未加工デンプンを用いて検液の場合と同様に操作し調製する。別にプロピレングリコール約 0.025g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、この液 2, 4, 6, 8, 10ml を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 50ml とする。これらの液 1ml ずつを正確に量り、25ml の目盛り付試験管に入れ、冷水中で硫酸 8ml を滴下し、以下検液の場合と同様に操作して標準液とし、検量線を作成する。検量線から、検液中のプロピレングリコール濃度 ( $\mu\text{g/ml}$ ) を求め、次式によりヒドロキシプロピル基の含量を求める。

ヒドロキシプロピル基の含量

$$\frac{\text{検液中のプロピレングリコール濃度}(\mu\text{g/ml}) \times 0.7763 \times \text{希釈率}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \times 100}$$

(%)

乾燥物換算した試料の採取量(g)×100

(2) プロピレンクロロヒドリン類 1.0  $\mu\text{g/g}$  以下

本品50.0gを正確に量り、三角フラスコに入れ、1mol/L硫酸125mlを加え、内容物を良く分散させる。水浴中で10分間加熱し、内容物を良く混合し、更に15分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加えてpH7とする。ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、別のフラスコに入れる。元のフラスコとろ紙を水25 mlで洗い、洗液をろ液に合わせる。この液

に無水硫酸ナトリウム30gを加え、5～10分間かくはんして硫酸ナトリウムを完全に溶かした後、分液漏斗に移す。フラスコを水25mlで洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。ジエチルエーテル50mlで5回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム3gを加え、ろ紙を用いてろ過し、フラスコとろ紙をジエチルエーテル25mlで洗い、洗液をろ液に合わせる。約40℃の水浴中で大気圧下にて、4mlに濃縮し、冷後、ジエチルエーテルを加えて正確に5mlとし、検液とする。別にプロピレンクロロヒドリン約0.05gを精密に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液10mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとし、標準原液とする。同じ植物を基原とする未加工デンプン50.0gずつを5個の三角フラスコに量り、1 mol/L硫酸125 mlを加える。各フラスコに、標準原液0, 0.5, 1, 2又は5 mlを正確に加え、以下検液の場合と同様に操作して標準液を調製する。検液及び標準液をそれぞれ1μl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。それぞれの標準液のプロピレンクロロヒドリンの1-クロロ-2-プロパノールと2-クロロ-1-プロパノールのピーク面積を測定し、その和を用いてプロピレンクロロヒドリン類の検量線を作成する。検液のプロピレンクロロヒドリンの1-クロロ-2-プロパノールと2-クロロ-1-プロパノールのピーク面積を測定し、その和を用いて検量線から検液中のプロピレンクロロヒドリン類の濃度 (μg/ml) を求め、次式により試料中のプロピレンクロロヒドリン類の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロピレンクロロヒドリン類の含量} \\ & \quad \text{検液中のプロピレンクロロヒドリン類の濃度 (μg/ml)} \\ = & \frac{\hspace{10em}}{\hspace{10em}} (\%) \\ & \quad \text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \times 2,000 \end{aligned}$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度：230℃

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40℃で 2 分間保持し、毎分 5℃で昇温し、80℃に到達後 8 分保持する。その後、毎分 25℃で昇温し、230℃に到達後 5 分間保持する。

注入口温度 150℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 1-クロロ-2-プロパノールの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(3) リン P として 0.14%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(4)を準用する。

(4) 鉛 Pb として 2.0 μg/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(6) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4 時間)



ヒドロキシプロピルデンプン  
Hydroxypropyl Starch

[9049-76-7]

**定義** 本品は、デンプンを酸化プロピレンでエーテル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) ヒドロキシプロピル基 7.0%以下

「ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(1)を準用する。

(2) プロピレンクロロヒドリン類 1.0  $\mu\text{g/g}$  以下

「ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pb として 2.0  $\mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第1法)

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50  $\mu\text{g/g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

リン酸架橋デンプン  
Distarch Phosphate

[55963-33-2]

**定義** 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) リン Pとして0.5%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4時間)

リン酸化デンプン  
Monostarch Phosphate

[63100-01-6]

**定義** 本品は、デンプンをオルトリン酸，そのカリウム塩若しくはナトリウム塩又はトリポリリン酸ナトリウムでエステル化して得られたものである。

**性状** 本品は，白～類白色の粉末，薄片又は顆粒で，においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) リン Pとして0.5%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4時間)

リン酸モノエステル化リン酸架橋デンプン  
Phosphated Distarch Phosphate

**定 義** 本品は、デンプンをオルトリン酸，そのカリウム塩若しくはナトリウム塩又はトリポリリン酸ナトリウムでエステル化し，トリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は，白～類白色の粉末，薄片又は顆粒で，においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) リン Pとして0.5%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4時間)

#### 試薬・試液

**アジ化ナトリウム**  $\text{NaN}_3$  本品は、白色の結晶性の粉末で、においが無い。

融点  $275^{\circ}\text{C}$ ，融点以下で分解する。

**アジピン酸試液** アジピン酸 1.00g を温水 900ml に溶かし，室温まで冷却した後 1L とする。

**グルタル酸**  $\text{HOOC}(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$  本品は，白色の結晶性の粉末で，水に溶ける。

融点  $95\sim 99^{\circ}\text{C}$

**酢酸亜鉛試液** 酢酸亜鉛二水和物 120g を水 880ml に溶かし，使用前に定量用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。

**酢酸ビニル**  $\text{CH}_3\text{COOCH}=\text{CH}_2$  本品は，無色透明の液体で，水に溶ける。

屈折率  $n_D^{20}=1.394\sim 1.396$

比重  $d_4^{20}=0.9300$

沸点  $72\sim 73^{\circ}\text{C}$

**ジメドン**  $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_2$  本品は，白～微黄色の結晶性の粉末である。

融点  $145\sim 149^{\circ}\text{C}$

**ジメドン試液** ジメドン 5g を量り，エタノール(99.5)を加えて溶かして 100ml とする。用時調製する。

**炭酸ナトリウム試液** 無水炭酸ナトリウム 10.6g を量り，水を加えて溶かして 100ml とする。

**o-ニトロベンズアルデヒド** 2-ニトロベンズアルデヒド  $\text{O}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}$  本品は，微黄色の結晶又は結晶性の粉末で，アルコール又はジエチルエーテルに溶け，水にわずかに溶ける。

融点  $42\sim 44^{\circ}\text{C}$

**加工デンプン用ニンヒドリン試液** ニンヒドリン試液，加工デンプン用を見よ。

**加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液** モリブデン酸アンモニウム，加工デンプン用を見よ。

**ニンヒドリン試液, 加工デンプン用** ニンヒドリン 3.0g を 5%亜硫酸水素ナトリウム溶液に溶かし, 100ml とする。

**パラローズアニリン塩酸塩**  $C_{19}H_{17}N_3 \cdot HCl$

融点 268~270°C

**パラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液** パラローズアニリン塩酸塩 40mg を塩酸 20ml に溶かし, 水を加えて 100ml とする。別に, ホルマリン 3 g に水を加えて 500ml とする。要時調製する。これらの液を当量混合する。

**バナジン酸試液** メタバナジン酸アンモニウム 2.5g を沸騰水 600ml に溶かし, 60~70°C に冷却後, 硝酸 20ml を加え, 室温まで冷却後水を加えて 1000ml とする。

**BANASS-ブリリアントエロー溶液** 4,4'-ビス(4-アミノ-1-ナフチルアゾ)-2,2'-スチルベンスルホン酸 0.10g 及びブリリアントエロー 0.020g を量り, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 3ml を加えて溶かした後, 水 7ml を加え, メタノールを加えて 100ml とする。褐色ガラス瓶に保存する。

**4,4'-ビス(4-アミノ-1-ナフチルアゾ)-2,2'-スチルベンスルホン酸**  $C_{34}H_{26}N_6O_6S_2$  本品は, 金属光沢ある黒色の粒である。本品を 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液に溶かした液は, 波長 516nm 付近に極大吸収部がある。

**N,O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセタミド**  $CF_3CO[Si(CH_3)_3]N[Si(CH_3)_3]$

本品は, 無色の液体である。

屈折率  $n_D^{20} = 1.414 \sim 1.418$

比重 0.825~0.835

沸点 71~73°C

**ブリリアントエロー**  $C_{26}H_{18}N_4Na_2O_8S_2$  橙茶色の粉末で, 水に溶ける。本品を 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液に溶かした液は, 波長 492nm 付近に極大吸収部がある。

**プロピレンクロロヒドリン**  $CH_3CH(OH)CH_2Cl$  本品は, 無色~微黄色の液体で, 水, エタノール又はジエチルエーテルに溶ける。

含量 本品は 1-クロロ-2-プロパノールを 70%以上, 2-クロロ-1-プロパノールを約 25% 含有する。

屈折率  $n_D^{20} = 1.439 \sim 1.441$

比重  $d_4^{20} = 1.111 \sim 1.115$

沸点 126~127°C

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)を準用し、定量する。

**無水オクテニルコハク酸** 本品は、*cis* 及び *trans* 型無水オクテニルコハク酸の混合物である。無色又は微黄色の液体である。

含量 本品は、無水オクテニルコハク酸( $C_{12}H_{18}O_3$ )95.0%以上を含む。

屈折率  $n_D^{20}=1.468\sim 1.470$

比重 1.025~1.028

定量法 本品約 1.5g を精密に量り、共通すり合わせ三角フラスコ 200ml に入れる。0.5mol/L メタノール製モルホリン溶液 25ml を正確に加えて溶かし、1 時間放置後、過量 of モルホリンを 0.5mol/L メタノール製塩酸溶液で滴定し、その消費量を S ml とする(指示薬 BANASS-ブリリアントエロー試液)。終点は、液の赤色が青紫色に変わるときとする。別に空試験を行い、0.5mol/L メタノール製塩酸溶液の消費量を B ml として、次式により、含量を求める。

$$\text{無水オクテニルコハク酸 (C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_3\text{)の含量} = \frac{(\text{B}-\text{S}) \times 0.1051}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

**モリブデン酸アンモニウム試液, 加工デンブ用** モリブデン酸アンモニウムの 50 g を量り、温水 900 ml に溶かし、室温まで冷却後、水を加えて 1L とする。

0.5mol/L 塩酸溶液, メタノール製 1,000ml 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 18.23g を含む。塩酸 45ml を量り、水 45ml を加えた後、メタノールを加えて 1,000ml とする。用時標定する。

標定 あらかじめ600°Cで1時間乾燥した炭酸ナトリウム(標準試薬)約0.6~0.7gを精密に量り、水20mlを加えて溶かし、このメタノール製塩酸溶液で滴定する(指示薬 ブロモフェノールブルー試液2滴)。ただし、終点付近で煮沸して二酸化炭素を除き、冷後、滴定を続ける。終点は、液の青紫色が青緑色に変わるときとする。

$$0.5\text{mol/L塩酸}1\text{ml}=26.50\text{mg Na}_2\text{CO}_3$$

0.45mol/L水酸化ナトリウム溶液 1,000ml中水酸化ナトリウム(NaOH, 分子量40.00) 18.00gを含む。

水酸化ナトリウム約20gを用い、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。

0.5mol/L メタノール製塩酸溶液 0.5mol/L 塩酸溶液, メタノール製を見よ。

0.5mol/L メタノール製モルホリン 0.5mol/L モルホリン, メタノール製を見よ。

0.5mol/Lモルホリン, メタノール製 1,000ml中モルホリン ( $C_4H_9NO$ , 分子量 87.12) 43.56g  
を含む。

モルホリン 11ml を量り, メタノールを加えて 250ml とする。