第明三治十種郵便物認可

エ　製剤（その３　粉状）

㈠　成分規格

本品は、エトキシキン製造用原体に、賦形物質を混和した粉末又は粒子である。

含量　本品は、定量するとき、表示量の90～110％に相当するエトキシキン（$C_{14}H_{19}NO$）を含む。

確認試験

①　本品の表示量に従い、エトキシキン製造用原体0.1gを含む量を量り、n-ヘキサン100mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。この溶液10mLを量り、n-ヘキサンを加えて100mLとし、この溶液につき、以下エトキシキン製造用原体の確認試験①を準用する。

②　①の試料溶液50mLを量り、減圧で溶媒を留去した後、残留物をイソプロパノール1,000mLに溶かし、この溶液につき、以下エトキシキン製造用原体の確認試験②を準用する。

定量法　本品の表示含量が40％以上のものにあっては第１法、40％未満のものにあっては第２法を用いる。

第１法　エトキシキン（$C_{14}H_{19}NO$）約0.1gを含む量の本品を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、アセトン50mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。残留物は、さらに、アセトン30mLずつで３回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、40℃、減圧下、窒素気流中で溶媒を留去した後、30秒以内に、残留物に無水酢酸１mL及び非水滴定用氷酢酸50mLを加えて溶かし、以下エトキシキン製造用原体の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸・ジオキサン溶液１mL＝21.73mg$C_{14}H_{19}NO$

第２法　エトキシキン（$C_{14}H_{19}NO$）約0.1gを含む量の本品を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、n-ヘキサンを加えて溶かし、1,000mLの全量フラスコに入れ、よく振り混ぜた後、更にn-ヘキサンを標線まで加えて1,000mLとする。この溶液を乾燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液20mLを除き、次のろ液１mLを全量ピペットを用いて量り、以下エトキシキン製剤（その２　液状）の定量法を準用する。

エトキシキン（$C_{14}H_{19}NO$）の量（mg）

$$= \text{定量用エトキシキンの量（mg）} \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B}$$

㈡　保存の方法の基準

遮光した密閉容器に保存すること。

⑶　カゼインナトリウム

ア　製造用原体

㈠　成分規格

含量　本品は、100℃で３時間乾燥した後、定量するとき、窒素（N）14.5～15.8％を含む。

物理的・化学的性質　本品は、白色～淡黄色の粒子、粉末又は片で、臭いはない、又は僅かに特異な臭いを有する。

確認試験

①　本品0.1g（0.05～0.14g）に１mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし、さらに、酢酸を加えて弱酸性とするとき、白色の綿状沈殿を生じる。

②　本品0.1g（0.05～0.14g）に１mol/L水酸化ナトリウム試液10mLを加えて溶かし、さらに、硫酸銅１滴を加え、振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、溶液は、紫色を呈する。

③　本品0.1g（0.05～0.14g）を強熱するとき、発煙し、特異な臭気を発生する。煙が発生しなくなった後、加熱を止め、放冷した後、黒色の残留物に希硝酸５mLを加え、加温してろ過し、ろ液にモリブデン酸アンモニウム試液１mLを加え、加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

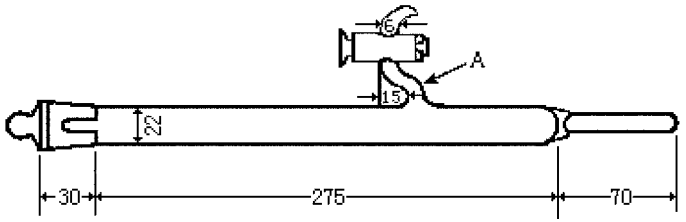
④　本品の強熱残分は、ナトリウム塩の炎色反応を呈する。

純度試験

①　溶状　本品をデシケーター（減圧，硫酸）で４時間乾燥した後、微細の粉末とし、その0.1g（0.05～0.14g）を量り、水30mLを加え、振り混ぜ、約10分間放置し、0.1mol/L水酸化ナトリウム試液２mLを加え、ときどき振り動かしながら60℃で１時間加温して溶かす。放冷した後、水を加えて100mLとするとき、無色で、その濁度は、微濁以下でなければならない。

②　pH　本品の水溶液（１→50）のpHは、6.0～7.5でなければならない。

③　脂肪　本品約2.5gを0.01gの桁まで量り、その数値を記録し、塩酸（27→40）15mLを加え、直火で静かに加熱して溶かした後、水浴中で20分間加熱する。放冷した後、エタノール10mLを加え、リョーリッヒ管に移し、エーテル25mLを加え、１分間激しく振り混ぜる。次に、石油エーテル25mLを加え、30秒間激しく振り混ぜた後、放置する。側枝管（A）よりとった上層液をろ過し、ろ液を質量既知のフラスコにとる。さらに、エーテル15mL及び石油エーテル15mLを用いて２回同様に抽出する。上層液を前のフラスコに合わせ、水浴上でエーテル及び石油エーテルを留去する。その残留物を98～100℃で４時間乾燥するとき、その量は、1.5％以下でなければならない。



リョーリッヒ管（単位mm）

④　重金属　本品2.0g（1.95～2.04g）を静かに加熱して炭化した後、500℃を超えない温度で灰化し、塩酸２mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を希酢酸４mL及び水20mLに溶かし、ろ過する。その後、ろ紙上の残留物を水５mLずつで３回洗い、これらのろ液を合わせ、水を加えて50mLとし、試料溶液とする。鉛標準液2.0mLを用いて比較液を調製し、試料溶液及び比較液それぞれ25mLを量り、重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない（20μg/g以下）。

⑤　ヒ素　本品1.0g（0.95～1.04g）を量り、ヒ素試験法第３法により試料溶液を調製し、装置Aを用いる方法によりヒ素の試験を行うとき、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない（２μg/g以下）。

乾燥減量　15％以下（１g，100℃，３時間）

強熱残分　６％以下（１g）

定量法　本品を100℃で３時間乾燥した後、その約0.15gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、窒素定量法（ケルダール法）により定量する。

0.05mol/L硫酸１mL＝1.401mgN

㈡　保存の方法の基準

密閉容器に保存すること。