

アカキャベツ色素

Red Cabbage Color

ムラサキキャベツ色素

定義 本品は、キャベツ (*Brassica oleracea* Linné) の葉より弱酸性水溶液で抽出して得られたものであり、シアニジンアシルグリコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

性 状 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.1g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml に溶かした液は、赤~暗紫赤色を呈する。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑~薄い黄緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 520~540nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として $8.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.25g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 520~540nm の極大吸収部

N-アセチルグルコサミン

N-Acetylglucosamine

C₈H₁₅N₃O₆

分子量 221.21

2-Acetamido-2-deoxy-D-glucopyranose [7512-17-6]

定義 本品は、キチンを塩酸及び酵素で加水分解し、分離して得られたものである。成分は、N-アセチル-D-グルコサミンである。

含量 本品を乾燥したものは、N-アセチル-D-グルコサミン (C₈H₁₅N₃O₆) 95.0~101.5%を含む。

性状 本品は、白~類白色の結晶又は粉末で、においはなく、特有の甘味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1→100) 0.5mlに、ホウ酸緩衝液(pH9.1)0.1mlを加え、90~100℃で3分間加熱し、急冷後、パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液3.0mlを加え、37℃で20分間加温するとき、液は、赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.30%以下 (0.10g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.85ml)

(3) 重金属 Pbとして10 μg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) 鉛 Pbとして10 μg/g以下 (1.0g, 第1法)

(5) ヒ素 As₂O₃として2.0 μg/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.30%以下 (2g, 600℃, 8時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mlとする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、検液とする。別に定量用N-アセチルグルコサミンを乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水に溶かし正確に20mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 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。検液及び標準液のN-アセチル-D-グルコサミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

N-アセチル-D-グルコサミン (C₈H₁₅N₃O₆) の含量

$$= \frac{\text{定量用N-アセチルグルコサミンの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 5 μmの液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 室温

移動相 アセトニトリル/水混液 (3 : 1)

流量 N-アセチル-D-グルコサミンの保持時間が約10分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用*N*-アセチルグルコサミン $C_8H_{15}NO_6$

N-アセチルグルコサミン，定量用を見よ。

N-アセチルグルコサミン，定量用 $C_8H_{15}NO_6$

性 状 白色の結晶性の粉末又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→100）0.5mlに，ホウ酸緩衝液（pH9.1）0.1mlを加え，90～100℃で3分間加熱し，急冷後，パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液3.0mlを加え，37℃で20分間加温するとき，液は，赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +39^\circ \sim +42^\circ$ （2%，水，6時間後）

(2) 類縁物質 本品0.1gを水10mlに溶かし，検液とする。この液1.5mlを正確に量り，水を加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「*N*-アセチルグルコサミン」の定量法を準用する。

乾燥減量 1.0%以下（105℃，3時間）

ホウ酸緩衝液（pH9.1）

ホウ酸4.95gを水50mlに溶かし，水酸化カリウム溶液（7→100）でpH9.1に調整し，更に水を加えて100mlとする。（0.8mol/L）

〈参考情報〉

カラム充てん剤 YMC-Pack PA-03（株ワイエムシイ製）

液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

アミノ基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲルを見よ。

5'-アデニル酸

5'-Adenylic Acid

アデノシン5'-リン酸

C₁₀H₁₄N₅O₇P

分子量 347.22

Adenosine 5'-monophosphoric acid [61-19-8]

定義 酵母 (*Candida utilis*) の菌体より、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は5'-アデニル酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、5'-アデニル酸 (C₁₀H₁₄N₅O₇P) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.010g を塩酸 (1→1,000) 1,000ml に溶かした液は、波長 255~259nm に極大吸収部がある。

(2) 本品 0.25g を水酸化ナトリウム試液 1ml に溶かし、水 5ml を加えた液に、マグネシア試液 2ml を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7ml を加え、10 分間煮沸した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50g を量り、水酸化ナトリウム試液 2ml を加えて溶かし、水を加えて 10ml とし、検液とする。

(2) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下

本品 2.0g を量り、水酸化ナトリウム試液 8ml 及び水 30ml を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下

本品 0.50g を量り、塩酸 (1→4) 5ml を加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

(4) 吸光比 本品 0.010g を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かし、1,000ml とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A₁, A₂ 及び A₃ とするとき、A₁/A₂ は 0.82~0.88, A₃/A₂ は 0.19~0.23 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10g を量り、水酸化ナトリウム試液 0.5ml を加えて溶かし、水を加えて 20ml とし、検液とする。検液 1 μl を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6:5:2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を 110℃ で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 6.0%以下 (120℃, 4 時間)

定量法 本品約 0.2g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 1ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 200ml とする。この液 2ml を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 200ml とし、検液とする。波長 257nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$5\text{'-アデニル酸 (C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{O}_7\text{P) の含量} = \frac{0.2 \times 2.315 \times A}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

L-アラビノース

L-Arabinose

C₅H₁₀O₅

分子量 150.13

L-Arabinofuranose [87-72-9]

定義 本品は、アラビアガム、ガティガム、コーンファイバー又はサトウダイコンのバルプ（シュガービートバルプ）の多糖類（アラビナン等）を、加水分解し、分離して得られたものである。成分はL-アラビノースである。

含量 本品を乾燥したものは、L-アラビノース（C₅H₁₀O₅）95.0～101.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白～淡黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→20）2～3滴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。

(2) 本品1gを水3mlに溶かし、塩酸（1→4）/ジフェニルアミン・エタノール溶液（1→40）混液（5：2）3mlを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は、黄～淡だいたい色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95^\circ$ 以上 本品約2gを精密に量り、水を加えて正確に50mlとし、室温で24時間放置後、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。

(2) 溶状 無色、ほとんど澄明（4.0g, 水20ml）

(3) 遊離酸 本品1.0gを、新たに煮沸し冷却した水10mlに溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(4) 硫酸塩 SO₄として0.005%以下（1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.10ml）

(5) 重金属 Pbとして20μg/g以下（1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml）

(6) 鉛 Pbとして10μg/g以下（1.0g, 第1法）

(7) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下（0.50g, 第3法, 装置B）

乾燥減量 1.0%以下（105℃, 3時間）

強熱残分 0.20%以下（5g, 600℃, 8時間）

定量法 本品及び定量用L-アラビノースを乾燥し、それぞれ約2gを精密に量り、水/プロピレングリコール混液（4：1）10mlずつを正確に加える。更に水を加えて正確に50mlとし、それぞれ検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10μl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。検液及び標準液のL-アラビノースとプロピレングリコールのピーク面積を測定し、プロピレングリコールのピーク面積に対するL-アラビノースのピーク面積比Q_T及びQ_Sを求め、次式により含量を求める。

$$\text{L-アラビノース (C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5\text{) の含量} = \frac{\text{定量用L-アラビノースの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 7～11μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4～8mm, 長さ25～35cmのステンレス管

カラム温度 60～70℃の一定温度

移動相 水

流量 L-アラビノースの保持時間が10～15分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用アラビノース L-アラビノース，定量用を見よ。

L-アラビノース，定量用 $C_5H_{10}O_5$

性 状 白色の結晶又は粉末である。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +103.0^\circ \sim +105.5^\circ$ (2g, 水, 50ml, 乾燥物換算) ただし，24時間放置後，測定する。

(2) 類縁物質 本品1.0gを水25mlに溶かし，検液とする。この液1mlを正確に量り，水を加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「L-アラビノース」の定量法の操作条件を準用する。

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Shodex SUGAR SP0810

myo-イノシトール

myo-Inositol

myo-イノシット

C₆H₁₂O₆

分子量 180.16

(1*R*,2*s*,3*S*,4*R*,5*r*,6*S*)-cyclohexane-1,2,3,4,5,6-hexol [87-89-8]

定義 本品は、イノシトールのうち、myo-イノシトールを成分とするものであり、イネ (*Oryza sativa* Linné) の種子より得られた米ぬか若しくはトウモロコシ (*Zea mays* Linné) の種子から得られたフィチン酸を分解したものより、又はサトウダイコン (*Beta vulgaris* Linné) の糖液又は糖蜜より、分離して得られたものである。

含量 本品を乾燥したものは、myo-イノシトール (C₆H₁₂O₆) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3,380cm⁻¹、3,220cm⁻¹、1,446cm⁻¹、1,147cm⁻¹、1,114cm⁻¹及び1,049cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 融点 223~227°C

(2) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水 10ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.005%以下 (2.0g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30ml)

(4) 硫酸塩 SO₄として 0.006%以下 (4.0g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50ml)

(5) 重金属 Pbとして 25 μg/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5ml)

(6) 鉄 Feとして 5.0 μg/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉄標準液 0.5ml)

(7) カルシウム 本品 1.0g を水 10ml に溶かし、シュウ酸アンモニウム溶液 (1→30) 1ml を加え、1分間放置するとき、液は澄明である。

(8) ヒ素 As₂O₃として 2.0 μg/g以下 (1.0g, 第1法, 装置B)

(9) 還元性物質 本品 0.50g を水 10ml に溶かし、フェーリング試液 5ml を加えて3分間加熱した後30分間放置するとき、帯黄だいたい~赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 4時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品及び定量用 myo-イノシトールを乾燥し、それぞれ約 0.2g を精密に量り、水 30ml と 1-プロパノール溶液 (3→25) 5ml ずつを正確に加えた後、水を加えて正確に 50ml とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 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。検液及び標準液の 1-プロパノールのピーク面積に対する myo-イノシトールのピーク面積比 Q_T及び Q_Sを求め、次式により含量を求める。

myo-イノシトール (C₆H₁₂O₆) の含量

$$= \frac{\text{定量用 myo-イノシトールの採取量 (g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 8 μ m の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径8mm, 長さ30cm のステンレス管

カラム温度 65°C付近の一定温度

移動相 水

流量 *myo*-イノシトールの保持時間が約9分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用 *myo*-イノシトール *myo*-イノシトール, 定量用を見よ。

***myo*-イノシトール, 定量用**

性 状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味は甘い。

確認試験 本品を 105°C, 4 時間乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 3,380 cm^{-1} , 3,220 cm^{-1} , 1,446 cm^{-1} , 1,147 cm^{-1} , 1,114 cm^{-1} 及び 1,049 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.2g を水 20ml に溶かし, 検液とする。この液 1ml を正確に量り, 水を加えて正確に 100ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μ l ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 各ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク的面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

「*myo*-イノシトール」の定量法の操作条件を準用する。

〈参考情報〉

***myo*-イノシトール**

和光純薬工業製 *myo*-イノシトール (*myo*-Inositol) (製品コード 092-00282) がある。

液体クロマトグラフィー用カラム

昭和電工製 Shodex SUGAR KS-801 がある。

エンジュ抽出物

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract

$C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

分子量 664.56

5,7-Dihydroxy-2-(3,4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yl α -L-rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 6)-
 β -D-glucopyranoside trihydrate [153-18-4, ルチン無水物]

定義 本品は、ルチン（抽出物）のうちエンジュ（*Sophora japonica* Linné）のつぼみ又は花より、水、エタノール、又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分はルチンである。

含量 本品を乾燥したものは、ルチン（ $C_{27}H_{30}O_{16}$ =610.52）95.0～105.0%を含む。

性状 本品は淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末で、においがないか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.02g をエタノール 10ml に溶かした液は、黄色を呈し、塩化鉄（Ⅲ）溶液（1 \rightarrow 50）1～2滴を加えるとき、液は帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 0.02g をエタノール 5ml に加温して溶かした液は、黄色を呈し、塩酸 2ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき、液は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 0.01g をエタノール 100ml に溶かした液は、波長 257nm 付近及び波長 361nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下（1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml）

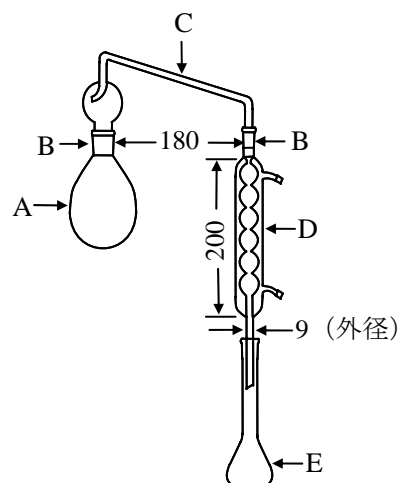
(2) 鉛 Pb として 5.0 μ g/g 以下（2.0g, 第1法）

(3) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 μ g/g 以下（0.50g, 第3法, 装置B）

(4) メタノール 0.015%以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (200ml)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (50ml)

(単位 mm)

(ii) 操作法

本品約 5g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100ml を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準溶液 2ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組

み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2～3ml の留出速度で、留分が約 45ml になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノールの水溶液（1→1,000）とする。別にメタノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、この液 5ml を正確に量り、水を加えて 100ml とする。この液 3ml 及び内標準溶液 2ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メタノールの量} \\ & = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15 (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180～250 μ m のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 9.0%以下 (135 $^{\circ}$ C, 2 時間)

強熱残分 0.30%以下 (550 $^{\circ}$ C, 4 時間)

定量法 本品及び定量用ルチンを 135 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、それぞれ約 0.05g ずつを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50ml とする。それぞれの液 5ml を正確に量り、水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μ l 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。検液及び標準液のルチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} \text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}\text{) の含量} = & \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5～10 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 3～6mm, 長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8～12 分になるように調整する。

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム：180～250 μm のスチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂
Gaskuropack 54 60/80 メッシュ Cat. No. 1002-45406 (ジーエルサイエンス社製)

液体クロマトグラフィー用カラム：5～10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3
250×4.6mmI.D. Cat. No. 5020-01732 (ジーエルサイエンス社製)

〈試薬・試液〉

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

ルチン，定量用 $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

性状 本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，
1,655 cm^{-1} ，1,605 cm^{-1} ，1,505 cm^{-1} ，1,360 cm^{-1} ，1,300 cm^{-1} ，1,200 cm^{-1} 及び810 cm^{-1} のそれぞれの付近
に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (350nm 付近の極大吸収部) = 290 以上

本品を135℃，2時間乾燥し，その約0.05gを精密に量り，メタノールに溶かして正確に100ml
とする。この液2mlを正確に量り，メタノールを加えて正確に100mlとし，紫外可視吸光度測
定法により吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約0.05gをメタノール25mlに溶かす。この液5mlを正確に量り，水／アセ
トニトリル／リン酸混液(800：200：1)を加えて正確に50mlとし，検液とする。別に検液1
mlを正確に量り，メタノール5mlを加えた後，水／アセトニトリル／リン酸混液(800：200：
1)を加えて正確に50mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ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い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピークと
溶媒ピークとを除くピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面
積測定範囲は，主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5～10 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 3～6 mm，長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水／アセトニトリル／リン酸混液 (800：200：1)

流量 ルチンの保持時間が8～12分になるように調整する。

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 ホウ酸 12.36g 及び水酸化ナトリウム 4.00g を量り，合わせ，水
を加えて溶かして1,000mlとする。

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム：5～10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3

250×4.6mmI. D. Cat. No. 5020-01732 (ジーエルサイエンス社製)

貝殻焼成カルシウム

Calcinated Shell Calcium

定義 本品は、焼成カルシウムのうち、貝殻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 ($\text{CaO}=56.08$) として 91.0%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 1g に水 5ml を加え懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品 1g に水 20ml 及び酢酸 (1→3) 10ml を加えて溶かした後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0g 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、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過し、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熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品 1.0g に少量の水を加えて破砕し、水 50ml とよく混ぜ、しばらく放置し、上層の乳状液の大部分を傾斜して除き、残留物に過量の塩酸 (1→4) を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) 重金属 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0g を量り、塩酸 (1→4) 20ml を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 40ml を加えて溶かし、必要があればろ過し、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.50g を量り、塩酸 (1→4) 5ml を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

強熱減量 10.0%以下 (900°C, 30分間)

定量法 本品を強熱し、その約 1.5g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30ml を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に 250ml 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。

0.05mol/L EDTA 溶液 1ml = 2.804mg CaO

活性白土

Activated Acid Clay

定義 本品は、酸性白土を硫酸処理して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は、類白～灰色の粉末又は粒状である。

確認試験 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH2.0～6.0

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径 $0.45\mu\text{m}$ ）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし、検液とする。

(2) 水可溶物 1.6%以下

(1)の検液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を 110°C で2時間乾燥し、その質量を量る。

(3) 鉛 Pbとして $40\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→25）20ml及び水50mlを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとし、A液とする。A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして20mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

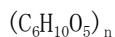
(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

(3)のA液50mlを量り、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 35.0%以下（ 110°C 、3時間、次に 550°C 、3時間）

カードラン

Curdlan



(3→1)-β-D-Glucopyranan [54724-00-4]

定 義 本品は、アグロバクテリウム属菌 (*Agrobacterium* biovar 1) 又はリゾビウム属菌 (*Rhizobium radiobacter*) の培養液から得られた、β-1,3-グルカンを主成分とするものである。

含 量 本品は、カードラン80.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品0.2gに水5mlを加えてよくかき混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液(3→25) 1mlを加えて振り混ぜるとき、溶解する。

(2) 本品の2%懸濁液10mlを水浴中で10分間加熱するとき、ゲルを形成する。

(3) 本品の2%懸濁液10mlに硫酸5mlを加えて水浴中で30分間加熱した後、冷却する。この液1mlに水100ml及び炭酸バリウムを加えて中和した後、900×gで10分間遠心分離する。この上澄液1mlにフェーリング試液5mlを加え水浴中で5分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 液性 pH6.0～7.5 (1%懸濁液)

(2) 鉛 Pbとして0.5μg/g以下 (20g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 総窒素 0.3%以下

本品約0.5gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

乾燥減量 10.0%以下 (60℃, 減圧, 5時間)

強熱残分 6.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は1,000以下である。

また大腸菌は認めない。

定 量 法 本品約0.1gを精密に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて振り混ぜて溶かし、正確に100mlとする。この液5mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、フェノール溶液(1→20) 1ml及び硫酸5mlを加えて激しく振り混ぜた後、氷水中で冷やし、検液とする。対照液は、水0.1mlを用いて検液の場合と同様に操作し調製する。別にブドウ糖約0.1gを精密に量り、これを用いて検液の場合と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液の波長490nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

$$\text{カードランの含量} = \frac{\text{ブドウ糖の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.900 \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

炭酸バリウム BaCO₃

含 量 99.0%以上

性 状 本品は白色の粉末である。

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品1.0gに塩酸(1→10)を加えて溶かし100mlとし、検液とする。本品1.0gにナトリウム標準液(0.1mg/ml) 1ml, カリウム標準液(0.1mg/ml) 1ml, カルシウム標準液(0.1mg/ml) 1ml及びストロンチウム標準液(5.0mg/ml) 1mlを加え、次いで塩酸(1→10)を加えて溶かし100mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ	ナトリウム中空陰極ランプ
分析線波長	589.0nm
支燃性ガス	空気
可燃性ガス	アセチレン

(2) カリウム 0.01%以下

(1)の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ	カリウム中空陰極ランプ
分析線波長	766.5nm
支燃性ガス	空気
可燃性ガス	アセチレン

(3) カルシウム 0.01%以下

(1)の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ	カルシウム中空陰極ランプ
分析線波長	422.7nm
支燃性ガス	空気
可燃性ガス	アセチレン

(4) ストロンチウム 0.5%以下

(1)の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ	ストロンチウム中空陰極ランプ
分析線波長	460.7nm
支燃性ガス	空気
可燃性ガス	アセチレン

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品5gに二酸化炭素を含まない水50mlを加え、5分間振り混ぜる。定量用ろ紙(5種C)を用い

てろ過した後、ろ液を0.05mol/L塩酸で滴定する(指示薬 ブロモチモールブルー試液)。

0.05mol/L塩酸 1 ml = 4.284mg Ba(OH)₂

定量法 本品約1gを精密に量り、水50ml及び1mol/L塩酸40mlを加えて煮沸し冷却する。この液を1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 ブロモチモールブルー試液)。別に空試験を行い補正する。

1 mol/L塩酸 1 ml = 98.67mg BaCO₃

硝酸ストロンチウム Sr(NO₃)₂ K8554

〈標準液〉

ナトリウム標準液 (0.1mg/ml) 塩化ナトリウム2.54gに水を加えて1,000mlとし、この液10mlに水を加えて100mlとする。

カリウム標準液 (0.1mg/ml) 塩化カリウム1.91g に水を加えて1,000mlとし、この液10mlに水を加えて100mlとする。

カルシウム標準液 (0.1mg/ml) 炭酸カルシウム2.50gに塩酸(1→10)100mlを加え、沸騰しない程度に加熱し、冷却後水を加えて1,000mlとし、この液10mlに水を加えて100mlとする。

ストロンチウム標準液 (5.0mg/ml) 硝酸ストロンチウム2.42gに水を加えて200mlとする。

カンゾウ抽出物

Licorice Extract

カンゾウエキス

グリチルリチン

リコリス抽出物

定義 本品は、ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* Fischer), チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin), ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* Linné), 又はそれらの近縁植物の根又は根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものである。本品には、粗製物と精製物がある。

粗製物

含量 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}=822.93$) 5.0%以上、50.0%未満を含む。

性状 本品は、黄～黒褐色の粉末、薄片、粒、塊、ペースト又は液体である。

確認試験 本品0.01～0.10gを50%エタノール10mlに溶かし、検液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸5mgを50%エタノール10mlに溶かし、対照液とする。これらの液2 μ lにつき、1-ブタノール/水/酢酸混液(7:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線(主波長254nm)下で観察するとき、検液から得た数個のスポットのうち1個は、対照液から得た暗紫色のスポット(グリチルリチン酸)と色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 不溶物 本品を乾燥し、その5.0gを50%エタノール100mlに溶かし、質量既知のろ紙を用いてろ過し、50%エタノールで洗った後、残留物を105℃で5時間乾燥するとき、その量は1.25g以下である。

(2) 液性 pH2.5～7.0(固体試料1.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの1.0g, 50%エタノール100ml)

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下(固体試料2.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(固体試料1.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 固体試料 8.0%以下(105℃, 2時間)

ペースト及び液体試料 60.0%以下(105℃, 5時間)

強熱残分 15.0%以下(固体試料又はペースト及び液体試料を乾燥したもの)

定量法 本品0.04～0.4gを精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に100mlとし、検液とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約0.02gを精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ l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。検液及び標準液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_S

を測定し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{グリチルリチン酸 (C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16}) \text{ の含量} \\ & = \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5～10 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15～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 酢酸 (1→50) / アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 グリチルリチン酸の保持時間が約10分となるように調整する。

カラム選定 グリチルリチン酸標準品 5mg及び「パラオキシ安息香酸プロピル」1mgを50%エタノール20mlに溶かす。この液20 μ lにつき、上記の条件で試験するとき、グリチルリチン酸、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

精製物

含 量 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 (C₄₂H₆₂O₁₆=822.93) 50.0～80.0%を含む。

性 状 本品は、白～黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品5～10mgを量り、以下「粗製物」の確認試験を準用する。

純度試験 (1) 液性 pH2.5～5.0 (1.0g, 50%エタノール100ml)

(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 8.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 15.0%以下

定 量 法 本品0.02～0.04gを精密に量り、以下「粗製物」の定量法を準用する。

〈標準品〉

グリチルリチン酸標準品

グリチルリチン酸日本薬局方標準品を用いる。

〈試薬・試液〉

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

液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用

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を見よ。

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用を見よ。

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{62}O_{16} \cdot nH_2O$

性 状 白色の結晶性の粉末で，特異な甘味がある。熱湯又はエタノールに溶解やすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融 点 213～218℃（分解）

純度試験 類縁物質 本品0.010gを水／エタノール混液（1：1）5mlに溶かし，検液とする。

この液1mlを正確に量り，水／エタノール混液（1：1）を加えて正確に100mlとし，対照液とする。検液及び対照液10 μ lにつき，「カンゾウ抽出物」の確認試験を準用し，試験を行うとき，検液から得たRf値約0.3の主スポット以外のスポットは，対照液から得たスポットより濃くない。

〈参考情報〉

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸

和光純薬工業（株）製の「グリチルリチン生化学用（100mg）074-03481」、「グリチルリチン標準品生薬試験用（20mg）」がある。

クチナシ青色素

Gardenia Blue

定義 本品は、クチナシ (*Gardenia augusta* Merrill 又は *Gardenia jasminoides* Ellis) の果実から得られたイリドイド配糖体とタンパク質分解物の混合物に β-グルコシダーゼを添加して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

性 状 本品は、暗紫~青色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100ml に溶かした液は、青~青紫色を呈する。

(2) 本品をクエン酸緩衝液 (pH7.0) に溶かした液は、波長 570~610nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この液 5ml に塩酸 1~2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1~3 滴加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この液 5ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5ml を加え、40~43°C で 20 分間加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μg/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) メタノール 0.10%以下 (色価 50 に換算)

本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.00g に相当する量を 10ml のメスフラスコに正確に量り、水を加えて溶かし、内標準溶液 2ml を正確に加えた後、更に水を加えて 10ml とし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム (500mg) にエタノール 4ml, 続いて水 10ml を注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1ml の試料液を注入し、流出液を 5ml のメスフラスコにとる。次に、水を注ぎ、流出液の総量が 5ml になるまで青色素が溶出しないような速さで流し、得られた流出液を検液とする。別にメタノール 0.50g を量り、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 とする。更にこの液 2ml を正確に量り、内標準溶液 2ml を正確に加えた後、水を加えて正確に 50ml とし、比較液とする。ただし、2-プロパノール 0.50g を量り、水を加えて 100ml とし、更にこの液 10ml を量り、水を加えて 100ml とし、内標準溶液とする。検液及び比較液をそれぞれ 2.0 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とき、検液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比は、比較液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3~4 mm, 長さ 1~2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 160～200℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が2～4分になるように調整する。

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH7.0)

測定波長 波長 570～610nm の極大吸収部

〈参考情報〉

グラファイトカーボンミニカラム (500mg) : SEP cartridge CARBOGRAPH 500mg/6 ml

Cat. No. 5010-23010 (ジーエルサイエンス社製)

ガスクロマトグラフィー用カラム : 180～250 μ m のスチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

Gaskuropack 54 60/80 メッシュ Cat. No. 1002-45406 (ジーエルサイエンス社製)

活栓 : ニードルチップ (ストップコックバルブ付き) (ウォーターズ社製)

〈試薬・試液〉

クエン酸緩衝液 (pH7.0)

第1液 : クエン酸 21g を量り、水を加えて溶かし、1,000ml とする。

第2液 : リン酸二ナトリウム 71.6g を量り、水を加えて溶かし、1,000ml とする。

第1液 35 容量と第2液 165 容量とを混和する。必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH7.0 に調整する。

次亜塩素酸ナトリウム NaClO 「次亜塩素酸ナトリウム」 ただし、有効塩素 5%以上のものを用いる。

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウムを有効塩素 5%としたものを用いる。

グラファイトカーボンミニカラム (500mg) 内径 10～15mm のポリエチレン製のカラム管に、グラファイトカーボン 500mg を充てんしたもの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用を見よ。

スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用

ガスクロマトグラフィー用に製造したものを用いる。

クチナシ赤色素

Gardenia Red

定義 本品は、クチナシ (*Gardenia augusta* Merrill 又は *Gardenia jasminoides* Ellis) の果実から得られたイリドイド配糖体のエステル加水分解物とタンパク質分解物の混合物に β-グルコシダーゼを添加して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

性 状 本品は、暗赤紫~赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、酢酸緩衝液 (pH4.0) 100ml に溶かした液は、赤~赤紫色を呈する。

(2) 本品を酢酸緩衝液 (pH4.0) に溶かした液は、波長 520~545nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この液 5ml に塩酸 1~2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1~3 滴を加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、検液とする。検液 5ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5ml を加えてアルカリ性にするとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。また、検液 5ml に塩酸 1~3 滴を加えるとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として $8.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 酢酸緩衝液 (pH4.0)

測定波長 波長 520~545nm の極大吸収部

〈試薬・試液〉

酢酸緩衝液 (pH4.0) 無水酢酸ナトリウム 2.95g を量り、水 900ml を加えて溶かし、酢酸を滴加して pH4.0 に調整した後、水を加えて 1,000ml とする。

クチナシ黄色素

Gardenia Yellow

定義 本品は、クチナシ (*Gardenia augusta* Merrill 又は *Gardenia jasminoides* Ellis) の果実から得られた、クロシン及びクロセチンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 100 以上で、その表示量の 90~120%を含む。

性 状 本品は、黄~暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1g に相当する量を取り、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 100ml を加えるとき、黄色を呈する。

(2) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1g に相当する量を取り、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 100ml を加えて 50°C の水浴中で 20 分間加温し、振り混ぜながら溶かした液は、波長 410~425nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1g に相当する量を取り、必要があれば水浴上で蒸発乾固し、冷後硫酸 5ml を加えるとき、青色を呈し、次いで紫色を経て褐色に変わる。

(4) 本品の表示量から色価 100 に換算して 1g に相当する量を取り、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 100ml を加えて 50°C の水浴中で 20 分間加温し、必要があれば振り混ぜて溶かし、検液とする。検液 5 μ l を量り、対照液を用いず、テトラヒドロフラン/アセトニトリル/シュウ酸溶液 (1→80) 混液 (8 : 7 : 7) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.4~0.6 付近に黄色のスポットを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層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を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) ゲニポシド 0.5%以下 (色価 100 に換算)

本品の表示量から色価 100 に換算して 1.0g に相当する量を量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて正確に 25ml とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。別にゲニポシドをデシケーターで 24 時間乾燥した後、その約 0.01g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) に溶かし、正確に 100ml とする。更にこの液 1ml, 5ml, 10ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて、それぞれ正確に 100 ml とした液を標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μ l 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ゲニポシドのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のゲニポシドのピーク面積から検液中のゲニポシドの濃度 (μ g/ml) を求め、次式によりゲニポシドの量を求める。

$$\text{ゲニポシドの量 (色価 100 に換算)} = \text{検液中のゲニポシド濃度 } (\mu\text{g/ml}) \times 0.0025 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 238nm)

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 4～5 mm, 長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル混液 (17:3)

流量 ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

色価測定法 本品の表示量から、色価 100 に換算して約 5 g に相当する量を精密に量り、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50ml を加えて 50℃ の水浴中で 20 分間加温し、必要があれば振り混ぜながら溶かし、水を加えて正確に 100ml とする。その 1 ml を正確に量り、50vo1%エタノールを加えて正確に 100ml とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。50vo1%エタノールを対照として、410～425nm の極大吸収部における、液層の長さ 1 cm での吸光度 A を測定し、次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A \times 1,000}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

〈参考情報〉

薄層板：メルク社製 RP-18F 254S

〈試薬・試液〉

テトラヒドロフラン C_4H_8O K9705 : 1996

ゲニポシド $C_{17}H_{24}O_{10}$

性状 本品は、白色の結晶または結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 10ml とする。この液 1 ml を正確に量り、メタノールを加えて 10ml とした液の吸光度を測定するとき、波長 238nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (240nm 付近の極大吸収部) = 249～269

本品約 0.01g を精密に量り、メタノール (1→2) を加えて溶かし、正確に 500ml とする。

この液の 240nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約 0.01g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて溶かし、正確に 100ml とし、検液とする。検液 2 ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 238 nm)

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 ~ 5 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管

温度 40°C

移動相 水 / アセトニトリル混液 (17: 3)

流量 ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

薄層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

オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。

オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用

薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア

α-Glucosyltransferase Treated Stevia

酵素処理ステビア

定義 本品は、「ステビア抽出物」に、α-グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。α-グルコシルステビオシドを主成分とする。

含量 本品を乾燥物換算したものは、α-グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体（ステビオシド、ズルコシドA、レバウジオシドA、レバウジオシドC）の総量として80.0%以上を含み、α-グルコシルステビオール配糖体65.0%以上を含む。

性状 本品は白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においはないかわずかに特有のにおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gを水20mlに溶かし、検液とする。検液10μlにつき、「ステビア抽出物」の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、ステビオシド又はレバウジオシドAより遅い保持時間に複数のピークを認める。ただし、定量用ステビオシド及びレバウジオシドAのそれぞれ5mgを水10mlに溶かし、標準液とする。

(2) (1)の検液の残りの液に、グルコアミラーゼ20,000単位を加え、55℃で約45分間放置し、室温まで冷却した後、検液とする。検液10μlにつき、(1)と同じ操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、(1)でステビオシド又はレバウジオシドAより遅い保持時間に認められた複数のピークの面積は減少し、ステビオシド又はレバウジオシドAのいずれか、あるいは両方のピーク面積が増大する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして10μg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃として2.0μg/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 (1) α-グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量の定量

本品約1gを精密に量り、水50mlに溶かす。この溶液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂又はスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂50mlを充てんした内径約25mmのガラス管に注ぎ、1分間に3ml以下の速さで流出させ、次いで水250mlで洗浄した後、50vol%エタノール250mlを1分間に3ml以下の速さで流す。この溶出液を約100mlまで濃縮し、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mlを正確に加え、更に水を加えて約180mlとする。この液を55℃で約5分間放置した後、グルコアミラーゼ20,000単位を加え、55℃で約45分間放置する。更に95℃で約30分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に200mlとし、検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し、その約0.1gを精密に量り、水に溶かして正確に200mlとし、ステビオシド標準液とする。検液及びステビオシド標準液をそれぞれ10μlずつ量り、「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を求める。次に、検液20μlを量り、D-グルコース定量用発色試液3mlを正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に5分間放置する。室温まで冷却した後、波長505nmにおける吸光度を測定する。対照液は、水20μlを用いて検液と同様に操作して調製する。別に空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mlを正確に量り、水を加えて約180mlとしたものを55℃で約5分間放置した後、グルコアミラーゼ20,000単位を加え、55℃で約45分間放置し、更に95℃で約30分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に200mlとした液とする。空試験液を検液と同様に操作して、吸光度を測定する。別にブドウ

糖約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 ml とする。この液 5 ml, 10 ml, 20 ml 及び 30 ml を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 ml とし、標準液とする。これらの標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中の D-グルコース濃度を求め、次式により検液中の α -グルコシル残基量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシル残基量} = \frac{\text{検液中の D-グルコース濃度 (mg/ml)} \times 200}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 0.900 \times 100 (\%)$$

α -グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量を次式により求める。

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量} (\%)$$

$$= \text{ステビオール配糖体量} (\%) + \alpha\text{-グルコシル残基量} (\%)$$

(2) α -グルコシルステビオール配糖体の定量

本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 ml とし、検液とする。検液及び(1)のステビオシド標準液 10 μ l ずつにつき、「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を測定し、その値を未反応のステビオール配糖体量とする。次式により α -グルコシルステビオール配糖体の含量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体含量} (\%)$$

$$= \text{ステビオール配糖体量} (\%) + \alpha\text{-グルコシル残基量} (\%) - \text{未反応のステビオール配糖体量} (\%)$$

〈試薬・試液〉

酢酸緩衝液 (pH4.5)

第 1 液：酢酸 6.0 g に水を加えて、1,000 ml とする。

第 2 液：無水酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水に溶かし 1,000 ml とする。

第 1 液と第 2 液を混ぜ、両液を用いて pH4.5 に調整する。

定量用ステビオシド

ステビオシド，定量用を見よ。

ステビオシド，定量用 $C_{38}H_{60}O_{18}$

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 本品 0.6 g を水 100 ml に溶かし、1-ブタノール 100 ml を加え、よく振り混ぜた後、放置する。1-ブタノール層 5 ml を試験管にとり、アントロン試液 5 ml を管壁に沿って静かに加え層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。

純度試験 類縁物質 本品 0.05 g をアセトニトリル/水混液 (4 : 1) 50 ml に溶かし、検液とする。この液 1 ml を正確に量り、アセトニトリル/水混液 (4 : 1) を加えて正確に 100 ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピーク

の保持時間の2倍までとする。

操作条件

「ステビア抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

ただし、流量は、ステビオシドの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 5.0%以下 (105°C, 2時間)

レバウジオシドA $C_{44}H_{70}O_{23}$

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -20 \sim -24^\circ$ 本品を110°Cで2時間乾燥し、その0.05gをメタノール50mlに溶かし、旋光度を測定する。

融点 239~244°C

グルコアミラーゼ

Aspergillus niger から得られた、白~褐色の粉末又は淡黄~濃褐色の液体である。においはないか又は特異なにおいがある。本品の1単位は、デンプンを基質として、pH4.5, 40°Cにおいて60分間に1mgのブドウ糖を生成する酵素量とする。

ブドウ糖定量用発色試液

フェノール0.50g, ムタロターゼ130単位, グルコースオキシダーゼ9,000単位, ペルオキシダーゼ650単位及び4-アミノアンチピリン0.1gをリン酸緩衝液(pH7.1)に溶かし、正確に1,000mlとする。2~10°Cで保存し、1ヶ月以内に使用する。

リン酸緩衝液(pH7.1)

第1液: リン酸二ナトリウム21.2gを量り、水に溶かし1,000mlとする。

第2液: リン酸一カリウム8.2gを量り、水に溶かし1,000mlとする。

第1液2容量と第2液1容量とを混和し、両液を用いてpHを7.1に調整する。

ムタロターゼ

ブタ腎臓から得られたもので、白色の50%グリセロール懸濁液である。本品の1単位は、 α -D-グルコースを基質として、pH7.2, 25°Cにおいて1分間に1 μ molの β -D-グルコースを生成する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ

Penicillium 属から得たもので、白色の粉末である。本品の1単位は、D-グルコースを基質として、pH7.0, 25°Cにおいて1分間に1 μ molのD-グルコノ-1,5-ラクトンを生成する酵素量とする。

ペルオキシダーゼ

西洋ワサビから得たもので、赤褐色の粉末である。本品の1単位は、過酸化水素を基質として、pH7.0, 25°Cにおいて1分間に1 μ molの水を生成する酵素量とする。

〈参考情報〉

ブドウ糖定量用発色試液

グルコース測定試薬であるグルコース CII-テストワコー(和光純薬工業社製 体外診断用医薬品 製品コード 439-90901 ; 437-90902)を使用することができる。本製品は、ムタロターゼで α -D-グルコースを β 型に変換するとともに、グルコースオキシダーゼにより β -D-グルコースを酸化して発生させた過酸化水素と、ペルオキシダーゼの作用で発色試薬(フェノール, 4-アミノアンチピリン)を縮合, 発色させ、その吸光度を測定することによりグルコースを定量する酵素法試薬キットである。

グルコアミラーゼ

Sigma-Aldrich 社製 Amyloglucosidase (製品コード A-3042)
天野エンザイム社 グルクザイム NL4.2 -液状糖化酵素-がある。

ムタロターゼ

和光純薬工業製 Mutarotase , from Pig Kidney...ムタロターゼ, ブタ腎臓製 [オリエンタル酵母] (製品コード 305-506991 ; 301-50693 ; 309-50694) がある。

グルコースオキシダーゼ

和光純薬工業製 Glucose Oxidase , from Microorganism(GOD)...グルコースオキシダーゼ, 微生物製...凍結乾燥品 [オリエンタル酵母] (製品コード 304-50661 ; 300-50663 ; 308-50664) がある。

ペルオキシダーゼ

和光純薬工業製 Peroxidase , from Horseradish Roots (POD)...ペルオキシダーゼ, わさび製...凍結乾燥品 [オリエンタル酵母] (製品コード 303-50991) がある。

アクリル酸エステル系吸着用樹脂

オルガノ株式会社製 アンバーライト XAD-7 HP がある。

スチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂

三菱化学株式会社製 ダイヤイオン HP-20 がある。

酵素処理イソクエルシトリン

Enzymatically Modified Isoquercitrin

糖転移イソクエルシトリン

定義 本品は、「ルチン酵素分解物」とでん粉又はデキストリンの混合物に、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。主成分は α -グルコシルイソクエルシトリンである。

含量 本品を乾燥したものは、 α -グルコシルイソクエルシトリンをルチン ($C_{27}H_{30}O_{16}=610.52$) として60.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～黄だいたい色の粉末、塊又はペースト状で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgを水10mlに溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、塩化鉄(III)溶液(1→50)1～2滴を加えるとき、液の色は黒褐色に変わる。

(2) 本品5mgを水5mlに溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、塩酸2ml及びマグネシウム末0.05gを加えるとき、液の色は徐々にだいたい～赤色に変わる。

(3) 本品0.1gを0.5mol/L硫酸100mlに溶かし、2時間煮沸し、冷却するとき、黄色の析出物を生じる。

(4) 本品0.01gをリン酸溶液(1→1,000)500mlに溶かした液は、波長255nm付近及び波長350nm付近に極大吸収部がある。

(5) 本品0.1gを水20mlに溶かし、検液とする。検液5 μ lにつき定量用ルチンのメタノール溶液(1→20)2 μ lを対照液とし、1-ブタノール/酢酸/水混液(4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、塩化鉄(III)・塩酸試液を噴霧するとき、定量用ルチンの主スポットよりも大きいRf値を示す褐色のスポットを認め、また、定量用ルチンの主スポットと同じ、又は小さいRf値を示す褐色のスポットを複数認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下(2.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 50.0%以下(135°C, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.05gを精密に量り、水に溶かして正確に100mlとする。必要があればろ過する。この液4mlを正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)を加えて正確に100mlとし、検液とする。別に定量用ルチンを135°Cで2時間乾燥し、その約0.05gを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100mlとする。この液4mlを正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により、リン酸溶液(1→1,000)を対照として、波長351nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定し、次式によりルチンとして α -グルコシルイソクエルシトリンの含量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシルイソクエルシトリンの含量 (ルチン } (C_{27}H_{30}O_{16}) \text{ として)}$$
$$= \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

ルチン，定量用 $C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

性 状 本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき， $1,655\text{cm}^{-1}$ ， $1,605\text{cm}^{-1}$ ， $1,505\text{cm}^{-1}$ ， $1,360\text{cm}^{-1}$ ， $1,300\text{cm}^{-1}$ ， $1,200\text{cm}^{-1}$ 及び 810cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (350nm 付近の極大吸収部) = 290 以上

本品を 135°C ，2時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100ml とし，紫外可視吸光度測定法によりこの液の吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約 0.05g をメタノール 25ml に溶かす。この液 5ml を正確に量り，水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし，検液とする。別に検液 1ml を正確に量り，メタノール 5ml を加えた後，水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ $20\mu\text{l}$ ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピークと溶媒ピークとを除くピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5～10 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 内径 3～6 mm，長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8～12 分になるように調整する。

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム: 5～10 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 Inertsil ODS-3 250×4.6mm I.D. Cat.No. 5020-01732 (ジエールサイエンス社)

酵素処理ヘスペリジン

Enzymatically Modified Hesperidin

糖転移ヘスペリジン

糖転移ビタミンP

定義 本品は、柑橘類の果皮、果汁又は種子より、アルカリ性水溶液で抽出して得られるヘスペリジンに、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。

含量 本品を乾燥したものは、総ヘスペレチン配糖体として30.0%以上を含む。

性状 本品は、ごくうすい黄～黄褐色粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgを水10mlに溶かし、希塩化鉄(Ⅲ)試液1～2滴を加えるとき、液は褐色を呈する。

(2) 本品0.5gを水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)100mlに溶かし、検液とする。別に定量用モノグルコシルヘスペリジン0.05gを水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)250mlに溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 μ l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とき、本品はモノグルコシルヘスペリジンの位置に波長280～286nmに極大吸収部を有するピークを認める。

操作条件

検出器 フォトダイオードアレイ検出器(測定波長 280nm, 200～400nm)

カラム充てん剤 5～10 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3.9～4.6mm, 長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約15分になるように調整する。

純度試験 (1) 溶状 澄明(0.5g, 水100ml)

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下(2.7kpa以下, 120 $^{\circ}$ C, 2時間)

定量法 (1) ヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの定量

乾燥した本品約1gを精密に量り、水100mlに溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂50mlを充てんした内径約25mmのガラス管に注ぎ、1分間に2.5ml以下の速さで流出させた後、水250mlで洗浄する。次に、50vol%エタノール200mlを1分間に2.5ml以下の速さで流し、吸着画分を溶出する。この溶出液を濃縮して全量を約40mlとする。この液にグルコアミラーゼ10,000単位を添加し、55 $^{\circ}$ Cで正確に30分間放置する。更に95 $^{\circ}$ Cで30分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に50mlとし、A液とする。この液3mlを正確に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)を加えて正確に50mlとし、検液とする。別に乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジン約0.05gを精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)に溶かして正確に250mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 μ l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。検液のヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積A_{TH}及びA_{TM}並

びに標準液のモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積 A_S を測定し、次式によりヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの含量を求める。ただし、モノグルコシルヘスペリジンに対するヘスペリジンの相対保持時間は約1.1である。

ヘスペリジンの含量＝

$$\frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TH}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 0.790 \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

モノグルコシルヘスペリジンの含量＝

$$\frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TM}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 280nm)

カラム充てん剤 5～10 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3.9～4.6mm, 長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80:20:0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約15分になるように調整する。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基量の定量

定量法(1)で得られたA液を検液とする。検液20 μ lを量り、D-グルコース定量用発色試液3mlを正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に5分間放置する。室温まで冷却した後、波長505nmにおける吸光度を測定する。対照液は、水20 μ lを用いて検液の場合と同様に操作して調製する。空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、水約40mlにグルコアミラーゼ10,000単位を添加し、55℃に30分間放置した後、95℃で約30分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に50mlとした液とする。空試験液を検液と同様に操作して吸光度を測定する。別にブドウ糖約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100mlとする。この液5ml, 10ml, 20ml及び30mlを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。この標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中のD-グルコース濃度を求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基量を求める。

$$\frac{\text{グルコアミラーゼ処理により遊離する } \alpha\text{-グルコシル残基量}}{\text{検液中のD-グルコース濃度 (mg/ml)} \times 50} \times 0.900 \times 100 \quad (\%)$$

$$= \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1,000}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1,000} \quad (\%)$$

(3) 総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物)

次の計算式により総ヘスペレチン配糖体の含量を求める。

総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物) (%)

= ヘスペリジンの含量 (%) + モノグルコシルヘスペリジンの含量 (%) + グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基量 (%)

(試薬・試液)

定量用モノグルコシルヘスペリジン

モノグルコシルヘスペリジン, 定量用を見よ。

モノグルコシルヘスペリジン, 定量用

性 状 本品は, 淡黄～黄褐色の粉末で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 mg を水 10 ml に溶かし, 希塩化鉄 (III) 試液 1～2 滴を加えるとき, 液は褐色を呈する。

(2) 本品 0.01 g を水 500 ml に溶かした液は, 波長 280～286 nm に極大吸収部がある。

乾燥減量 6.0%以下 (2.7 kPa 以下, 120°C, 2 時間)

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り, 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80:20:0.01) に溶かして正確に 200 ml とし, 検液とする。検液 1 ml を正確に量り, 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80:20:0.01) に溶かして正確に 50 ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μ l ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

「酵素処理ヘスペリジン」の定量法の操作条件を準用する。

塩化鉄 (III) 試液

塩化鉄 (III) 9 g を水に溶かし, 100 ml とする。

塩化鉄 (III) 試液, 希

塩化鉄 (III) 試液 2 ml に水を加えて 100 ml とする。用時調製する。

希塩化鉄 (III) 試液

塩化鉄 (III) 試液, 希を見よ。

グルコアミラーゼ

Aspergillus niger から得られた, 白～褐色の粉末又は淡黄～濃褐色の液体である。においはないか又は特異なおいがある。本品の 1 単位は, デンプンを基質として, pH 4.5, 40°C において 60 分間に 1 mg のブドウ糖を生成する酵素量とする。

ブドウ糖定量用発色試液

フェノール 0.50g, ムタロターゼ 130 単位, グルコースオキシダーゼ 9,000 単位, ペルオキシダーゼ 650 単位及び 4-アミノアンチピリン 0.1g をリン酸緩衝液 (pH7.1) に溶かし, 正確に 1,000ml とする。2~10°C で保存し, 1 ヶ月以内に使用する。

リン酸緩衝液 (pH7.1)

第 1 液: リン酸二ナトリウム 21.2g を量り, 水に溶かし 1,000ml とする。

第 2 液: リン酸一カリウム 8.2g を量り, 水に溶かし 1,000ml とする。

第 1 液 2 容量と第 2 液 1 容量とを混和し, 両液を用いて pH を 7.1 に調整する。

ムタロターゼ

ブタ腎臓から得られたもので, 白色の 50% グリセロール懸濁液である。本品の 1 単位は, α -D-グルコースを基質として, pH7.2, 25°C において 1 分間に $1 \mu\text{mol}$ の β -D-グルコースを生成する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ

Penicillium 属から得たもので, 白色の粉末である。本品の 1 単位は, D-グルコースを基質として, pH7.0, 25°C において 1 分間に $1 \mu\text{mol}$ の D-グルコノ-1,5-ラク톤を生成する酵素量とする。

ペルオキシダーゼ

西洋ワサビから得たもので, 赤褐色の粉末である。本品の 1 単位は, 過酸化水素を基質として, pH 7.0, 25°C において 1 分間に $1 \mu\text{mol}$ の水を生成する酵素量とする。

〈参考情報〉

計算式の係数 0.790 の計算

$$0.790 = \frac{\text{ヘスペリジンの分子量 (610.57)}}{\text{モノグルコシルヘスペリジンの分子量 (772.71)}}$$

定量用モノグルコシルヘスペリジン

林原生物化学研究所製 モノグルコシルヘスペリジンがある。

ブドウ糖定量用発色試液

グルコース測定試薬であるグルコース CII-テストワコー (和光純薬工業社製 体外診断用医薬品 製品コード 439-90901 ; 437-90902) を使用することができる。本製品は、ムタロターゼで α -D-グルコースを β 型に変換するとともに、グルコースオキシダーゼにより β -D-グルコースを酸化して発生させた過酸化水素と、ペルオキシダーゼの作用で発色試薬 (フェノール, 4-アミノアンチピリン) を縮合、発色させ、その吸光度を測定することによりグルコースを定量する酵素法試薬キットである。

グルコアミラーゼ

Sigma-Aldrich 社製 Amyloglucosidase (製品コード A-3042)
天野エンザイム社製 グルコザイム NL.42 -液状糖化酵素-がある。

ムタロターゼ

和光純薬工業社製 Mutarotase , from Pig Kidney・・・ムタロターゼ, ブタ腎臓製 [オリエンタル酵母] (製品コード 305-506991 ; 301-50693 ; 309-50694) がある。

グルコースオキシダーゼ

和光純薬工業社製 Glucose Oxidase , from Microorganism(GOD)・・・グルコースオキシダーゼ, 微生物製・・・凍結乾燥品 [オリエンタル酵母] (製品コード 304-50661 ; 300-50663 ; 308-50664), 天野エンザイム社製 GO "Amano" II がある。

ペルオキシダーゼ

和光純薬工業社製 Peroxidase , from Horseradish Roots (POD)・・・ペルオキシダーゼ, わさび製・・・凍結乾燥品 [オリエンタル酵母] (製品コード 303-50991), 天野エンザイム社製 PO "Amano" III がある。

アクリル酸エステル系吸着用樹脂

オルガノ株式会社製 アンバーライト XAD-7 HP がある。

酵素分解レシチン

Enzymatically Decomposed Lecithin

定義 本品は、アブラナ(*Brassica rapa* Linné 又は *Brassica napus* Linné) 若しくはダイズ(*Glycine max* Merrill) の種子から得られた植物レシチン又は卵黄から得られた卵黄レシチンから得られた、ホスファチジン酸及びリゾレシチンを主成分とするものである。酵素分解植物レシチンと酵素分解卵黄レシチンがある。

性状 本品は、白～褐色の粉末、粒若しくは塊又は淡黄～暗褐色の粘稠な液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 g を分解フラスコに入れ、これに粉末とした硫酸カリウム 5 g、硫酸銅 0.5 g 及び硫酸 20 ml を加える。次にフラスコを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の澄明な液となった後、更に 1～2 時間加熱する。冷後、等容量の水を加え、この液 5 ml にモリブデン酸アンモニウム溶液 (1→5) 10 ml を加えて加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 脂肪酸 本品 1 g にエタノール製水酸化カリウム試液 25 ml を加え、1 時間還流後、氷冷するとき、カリウム石けんの沈殿又はにごりを生ずる。

純度試験 (1) 酸 価 65 以下 本品約 2 g を精密に量り、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 50 ml に溶かして検液とし、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 50 ml を加えて、60℃以下の水浴中で加温して溶かして検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) アセトン可溶物 60%以下 本品約 2 g を精密に量り、50 ml 目盛付共栓遠心管に入れ、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 3 ml を加え、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 3 ml を加え、必要があれば 60℃以下の水浴中で加温して、溶かす。この液にアセトン 15 ml を加えてよくかき混ぜた後、氷水中に 15 分間放置する。これにあらかじめ 0～5℃に冷却したアセトンを加えて 50 ml とし、よくかき混ぜ、氷水中に 15 分間放置した後、毎分約 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上層液をフラスコにとる。なお、共栓遠心管の沈殿物に 0～5℃のアセトンを加えて 50 ml とし、氷水中で冷却しながらよくかき混ぜた後、同様に遠心分離する。この上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上で蒸留し、残留物を 105℃で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

(3) 過酸化物価 10 以下

本品約 5 g を精密に量り、250 ml 共栓三角フラスコに入れ、クロロホルム/酢酸混液 (2 : 1) 35 ml を加え、静かに振り混ぜて溶解又は均一に分散する。次に窒素を通じて器内の空気を十分に置換し、窒素を通じながらヨウ化カリウム試液 1 ml を正確に量って加える。次に窒素をとめ、直ちに栓をして 1 分間振り混ぜた後、暗所に 5 分間放置する。この液に水 15 ml を加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 デンプン試液)、次式によって過酸化物価を求める。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.01 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (ml)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

(4) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

(5) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法)

(6) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 4.0 %以下 (105°C, 1時間)。

本品が粉末の場合は, 乾燥減量測定法により試験を行う。本品が粒若しくは塊又は粘稠な液体の場合には, 本品約 3g をあらかじめ質量を精密に量った海砂約 15g 及び質量を精密に量った小ガラス棒と共にひょう量瓶に入れて, その質量を精密に量り, 小ガラス棒を用いて速やかに粉砕して 2 mm 以下の大きさにし, 若しくは均一に混合した後, 小ガラス棒と共に加熱し, 乾燥減量を測定する。

酵母細胞壁

Yeast Cell Wall

定義 本品は、サッカロミセス属菌 (*Saccharomyces cerevisiae*) の細胞壁から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性状 本品は、類白～類茶褐色の粉末又は懸濁液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1)本品の粉末試料 1g に水 100ml を加え、かくはん器により高速でかき混ぜて得た懸濁液又は本品の懸濁試料を 200～400 倍の顕微鏡で観察するとき、長径 1～12 μ m の卵型又は扁平形の単細胞若しくはこれらが破碎された断片を認める。

(2) 本品の粉末試料 1g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1g に、リン酸緩衝液 (pH6.8) 50ml を加え、かくはん器により高速でかき混ぜた後、30 分間放置するとき膨潤する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (粉末試料 2.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 2.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 2.0 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g, 第 3 法, 装置 B)

(4) 総窒素 5.6%以下 (乾燥物換算, 約 1.0g, セミマイクロケルダール法)

(5) デンプン 本品の粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g を量り、ヨウ素試液 1 滴加え、これを検鏡するとき、黒紫色に染まる粒子を認めないか又は認めてもわずかである。

乾燥減量 粉末試料 8.0%以下 (120℃, 2 時間)

懸濁液試料 92.0%以下 (120℃, 2 時間)

灰分 10.0%以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g)

微生物限度 微生物限度試験により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。また大腸菌は認めない。

骨炭

Bone Charcoal

定義 ウシ (*Bos taurus* Linné) の骨を、炭化し、粉碎して得られたものである。主成分はリン酸カルシウム及び炭末である。

性状 本品は、黒色の粉末又は粒で、におい及び味がない。

確認試験 (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約 0.1g を量り、希メチレンブルー試液 10ml 及び塩酸(1→4) 2滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約 0.5g を量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

(3) 本品を灰化し、その 0.1g に塩酸(1→7) 10 ml を加え、加温して溶かし、振り混ぜながらアンモニア試液 2.5 ml を加えた後、シュウ酸アンモニウム溶液(1→30) 5 ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を灰化し、その 0.1g に希硝酸 5 ml を加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 2 ml を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、110～120℃で3時間乾燥した後、その 4.0g を量り、硝酸(1→100) 0.1ml を加えた水 180ml を加え、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。冷後、水を加えて 200ml とし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約 30ml を捨て、残りのろ液をA液として次の(1)～(4)の試験を行う。

(1) 塩化物 Cl として 0.53%以下

A液 1.0ml を量り、検液とする。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30ml を用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄として 0.48%以下

A液 2.5ml を量り、検液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50ml を用いる。

(3) 鉛 Pbとして 10 μg/g 以下

A液 50ml を量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150) 10ml を加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0ml に硝酸(1→150) を加えて 10ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) ヒ素 As₂O₃として 4.0 μg/g 以下

A液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。第2法、装置Bを用いる。

サイリウムシードガム

Psyllium Seed Gum

サイリウムハスク

定義 ブロンドサイリウム(*Plantago ovata* Forsskål)の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は類白～淡黄褐色の粉体又は粒で、においがなく、わずかに特有なにおいがある。

確認試験 本品2gを400ml ビーカーに入れ、200mlの水を加え、80℃で10分間かき混ぜて溶かし、室温まで放冷するとき、流動性のある特有のゾルまたはゲル状となる。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下(0.5g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) たん白質 2.0%以下

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸1ml=0.8754mg たん白質

乾燥減量 12.0%以下(105℃, 5時間)

灰分 5.0%以下(乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下である。また大腸菌は認めない。

酸性白土

Acid Clay

定義 本品は、モンモリロナイト系粘土鉱物を、精製して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は灰白～黄褐色の粉末又は粒状である。

確認試験 (1) 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

(2) 本品2.0gを、水100mlを入れた100ml共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、24時間放置するとき、下層に分離する沈降物は15ml以下である。

純度試験 (1) 液性 pH4.0～10.0

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上でときどき振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μ m）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし検液とする。

(2) 水可溶物 0.50%以下

(1)の検液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を110℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

(3) 鉛 Pbとして40 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→25）20ml及び水50mlを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとし、A液とする。A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして20mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

(3)のA液50mlを量り、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 35.0%以下（110℃、3時間、次に550℃、3時間）

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミンB₁₂

C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P

分子量 1355.37

Coα-[α-(5,6-Dimethylbenzo-1H-imidazol-1-yl)]-Coβ-cyanocobamide [68-19-9]

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces*) 又は細菌 (*Agrobacterium*, *Bacillus*, *Flavobacterium*, *Propionibacterium* 又は *Rhizobium*) の培養液より、分離して得られたものである。成分はシアノコバラミンである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、シアノコバラミン (C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P) 96.0~102.0%を含む。

性状 本品は、暗赤色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 定量法の検液及び標準液につき、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、本品の吸収スペクトルは標準品の吸収スペクトルと同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1mg に硫酸水素カリウム 0.05g を加えて混和し、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 3ml を加え、煮沸して溶かす。フェノールフタレイン試液 1滴を加え、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を滴加し、酢酸ナトリウム 0.5g、酢酸 (3→50) 0.5ml 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1→500) 0.5ml を加えるとき、液は直ちに赤~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5ml を追加し、1分間煮沸しても液の色は消えない。

(3) 本品 5mg を 50ml の蒸留フラスコにとり、水 5ml を加えて溶かし、次亜リン酸 2.5ml を加えた後、短い冷却器を付け、冷却器の先端を試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 1ml 中に浸す。次いで、10分間穏やかに煮沸し、留液 1ml を得るまで蒸留する。試験管中の液に硫酸第一鉄アンモニウム飽和溶液 4滴を加えて穏やかに振り混ぜ、フッ化ナトリウム 0.03g を加えて沸騰するまで加熱した後、直ちに硫酸 (1→6) を液が澄明になるまで滴加し、更に硫酸 (1→6) 3~5滴を追加するとき、液は青~青緑色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 (0.020g, 水, 赤色, 澄明)

(2) プソイドシアノコバラミン 本品 1.0mg を水 20ml に溶かし、分液漏斗に入れ、*m*-クレゾール/四塩化炭素混液 (1 : 1) 5ml を加え、1分間激しく振り混ぜた後、放置して下層を別の分液漏斗に移し、硫酸 (1→7) 5ml を加え、激しく振り混ぜた後静置する。必要があれば遠心分離するとき、上層は無色か、又は比較液より濃くない。

比較液 : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6ml に水を加えて 1,000ml とする。

乾燥減量 12.0%以下 (0.050g, 0.67kPa 以下, 乾燥剤 酸化リン (V), 100℃, 4時間)

定量法 本品約 0.02g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000ml とし、検液とする。別にあらかじめ乾燥減量を測定したシアノコバラミン標準品約 0.02g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき、水を対照として波長 361nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

シアノコバラミン ($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$) の含量

$$= \frac{\text{乾燥物換算したシアノコバラミン標準品の採取量 (g)} \quad A_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$ [K 8714]

次亜リン酸 H_3PO_2 [ホスフィン酸 K 8440 : 1994]

m-クレゾール C_7H_8O [K 4305]

シアノコバラミン標準品

シアノコバラミン日本薬局方標準品を用いる。

α-シクロデキストリン

α-Cyclodextrin

α-サイクロデキストリン

C₃₆H₆₀O₃₀

分子量 972.85

Cyclomaltohexaose [10016-20-3]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち6個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、α-シクロデキストリン (C₃₆H₆₀O₃₀) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2g にヨウ素試液 2ml を加え、水浴中で加温して溶かした後室温に放置するとき、暗青緑色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$

本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、30 分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明 (0.50g, 水 50ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.018%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25ml)

(4) 重金属 Pb として 5.0 μg/g 以下 (4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(5) 鉛 Pb として 1.0 μg/g 以下 (10.0g, 第1法)

(6) ヒ素 As₂O₃ として 1.3 μg/g 以下 (1.5g, 第2法, 装置B)

(7) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0g を正確に量り、水 25ml に溶かし、フェーリング試液 40ml を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1G4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液 20ml を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80°C に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2ml 以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105°C, 0.67kPa 以下, 4時間)

強熱残分 0.10%以下 (550°C)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、加熱した水約 35ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に定量用 α-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7g を精密に量り、加熱した水約 45ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。更にこの標準液 5ml ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10ml 及び 20ml とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 10 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 α-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の α-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の α-シクロデキストリンの量 (g) を求め、次式により含量を求める。

α-シクロデキストリンの含量

検液中の α-シクロデキストリンの量 (g)

$$= \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9～10 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5～10mm, 長さ20～50cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3～1.0ml/分の一定量

〈試薬・試液〉

定量用 α -シクロデキストリン α -シクロデキストリン, 定量用を見よ。

α -シクロデキストリン, 定量用 $C_{36}H_{60}O_{30}$

性状 本品は, 白色の結晶または結晶性の粉末で, においがなく, わずかに甘味がある。

確認試験 本品0.2gにヨウ素試液2mlを加え, 水浴中で加温して溶かした後, 室温に放置するとき, 青紫色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$ 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 旋光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約1.5gをとり, 水を加えて溶かして100mlとし, 検液とする。この液1mlを正確に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液20～100 μ lにつき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5～10mm, 長さ20～50cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃の一定温度

移動相 水

γ-シクロデキストリン

γ-Cyclodextrin

γ-サイクロデキストリン

C₄₈H₈₀O₄₀

分子量 1297.14

Cyclomaltooctaose [17465-86-0]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち8個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、γ-シクロデキストリン (C₄₈H₈₀O₄₀) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2g にヨウ素試液 2ml を加え、水浴中で加温して溶かした後室温に放置するとき、赤褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$

本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、30 分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明 (0.50g, 水 50ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.018%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25ml)

(4) 重金属 Pb として 5.0 μg/g 以下 (4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(5) 鉛 Pb として 1.0 μg/g 以下 (10.0g, 第1法)

(6) ヒ素 As₂O₃ として 1.3 μg/g 以下 (1.5g, 第2法, 装置B)

(7) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0g を正確に量り、水 25ml に溶かし、フェーリング試液 40ml を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1G4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液 20ml を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80°C に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2ml 以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105°C, 0.67kPa 以下, 4時間)

強熱残分 0.10%以下 (550°C)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、加熱した水約 35ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に定量用 γ-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7g を精密に量り、加熱した水約 45ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。更にこの標準液 5ml ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10ml 及び 20ml とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 10 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 γ-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の γ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の γ-シクロデキストリンの量 (g) を求め、次式により含量を求める。

γ-シクロデキストリンの含量

$$\text{検液中の } \gamma\text{-シクロデキストリンの量 (g)} \\ = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9～10 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5～10mm, 長さ20～50cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3～1.0ml/分の一定量

〈試薬・試液〉

定量用 γ -シクロデキストリン γ -シクロデキストリン, 定量用を見よ。

γ -シクロデキストリン, 定量用 $C_{48}H_{80}O_{40}$

性状 本品は, 白色の結晶または結晶性の粉末で, においがなく, わずかに甘味がある。

確認試験 本品0.2gにヨウ素試液2mlを加え, 水浴中で加温して溶かした後, 室温に放置するとき, 青紫色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$ 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 旋光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約1.5gをとり, 水を加えて溶かして100mlとし, 検液とする。この液1mlを正確に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液20～100 μ lにつき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5～10mm, 長さ20～50cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃の一定温度

移動相 水

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa以下, 4時間)

5'-シチジル酸

5'-Cytidylic Acid

$C_9H_{14}N_3O_8P$

分子量 323.20

Cytidine 5'-monophosphoric acid [63-37-6]

定義 酵母 (*Candida utilis*) の菌体より、食塩存在下、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は5'-シチジル酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、5'-シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.010 g を塩酸 (1→1,000) 1,000ml に溶かした液は、波長 277~281nm に極大吸収部がある。

(2) 本品 0.25 g を水酸化ナトリウム試液 1 ml に溶かし、水 5 ml を加えた液に、マグネシア試液 2 ml を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7 ml を加え、10 分間煮沸した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム試液 2 ml を加えて溶かし、水を加えて 20ml とし、検液とする。

(2) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 8 ml 及び水 30ml を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50ml とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.50 g を量り、塩酸 (1→4) 5 ml を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

(4) 吸光比 本品 0.010 g を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして 1,000ml とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.40~0.52, A_3/A_2 は 1.85~2.20 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 0.5ml を加えて溶かし、水を加えて 20ml とし、検液とする。検液 $1 \mu\text{l}$ を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6 : 5 : 2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 6.0%以下 (120°C , 4 時間)

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 1 ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 200ml とする。この液 2 ml を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 100ml とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$0.2 \times 1.224 \times A$$

$$5'\text{-シチジル酸 } (C_9H_{14}N_3O_8P) \text{ の含量} = \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

乾燥物換算した試料の採取量 (g)

しらこたん白抽出物

Milt Protein

しらこたん白

しらこ分解物

プロタミン

定 義 本品は、アイナメ (*Hexagrammos otakii* Jordan et Starks), カラフトマス (*Oncorhynchus gorbuscha* (Walbaum)), シロザケ (*Oncorhynchus keta* (Walbaum)), ベニザケ (*Oncorhynchus nerka* (Walbaum)), カツオ (*Katsuwonus pelamis* (Linnaeus)) 又はニシン (*Clupea pallasii* Valenciennes) の精巢から得られた、塩基性タンパク質を主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、プロタミンとして50%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末で、わずかに特有の味がある。

確認試験 (1) 本品 1 mg を水 2 ml に溶かし、 α -ナフトール 0.1 g をエタノール溶液 (7→10) 100 ml に溶かした液 5 滴及び次亜塩素酸ナトリウム試液 5 滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水 1 ml を加え加温して溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 滴及び硫酸銅溶液 (1→7) 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無～淡黄色、混濁 (0.5 g, 水 50 ml, 5 分間かき混ぜる)

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

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 7.0% 以下 (100°C, 3 時間)

灰 分 15.0% 以下

定 量 法 本品約 0.1～0.15 g を精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。次式により含量を求める。

$$0.05\text{mol/L硫酸 } 1\text{ ml} = 1.401\text{mg N}$$

$$\text{窒素量 (mg)} \times 3.19$$

$$\text{プロタミンの含量} = \frac{\text{窒素量 (mg)} \times 3.19}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 100(\%)$$

〈試薬・試液〉

α -ナフトール 1-ナフトールを見よ。

1-ナフトール $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$ [K 8698] 遮光して保存する。

ステビア抽出物

Stevia Extract

ステビアエキス

ステビオサイド

ステビオシド

レバウジオシド

レバウディオサイド

定義 本品は、ステビア (*Stevia rebaudiana* Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体 80.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においはないかわずかに特有のにおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 本品 0.5g を水 100ml に溶かし、検液とする。定量用ステビオシド及びレバウジオシドAのそれぞれ 5mg を水 10ml に溶かし、標準液とする。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、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステビオシド及びレバウジオシドAの両方あるいは一方のピークの保持時間と一致する。

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

(2) ヒ素 As_2O_3 として 2.0 μ g/g 以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品 0.06~0.12g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4:1) に溶かして正確に 100ml とし、検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4:1) に溶かして正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μ l 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。検液のステビオシドのピーク面積 A_a 、レバウジオシドAのピーク面積 A_c 、レバウジオシドAの保持時間を 1.00 としたとき、相対保持時間 0.25~0.30 に溶出するピーク (ズルコシドA) の面積 A_b 、0.63~0.69 に溶出するピーク (レバウジオシドC) の面積 A_d 、及び標準液のステビオシドのピーク面積 A_s を測定し、次式によりステビオール配糖体の含量を求める。

$$\text{ステビオシドの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_a}{A_s} \times 100 (\%)$$

$$\text{ズルコシドAの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_b \times 0.98}{A_s} \times 100 (\%)$$

$$\text{レバウジオシドAの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量(g)} \quad A_c \times 1.20}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \quad A_s} \times \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

$$\text{レバウジオシドCの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量(g)} \quad A_d \times 1.18}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \quad A_s} \times \frac{\quad}{\quad} \times 100 (\%)$$

$$\begin{aligned} \text{ステビオール配糖体の含量} (\%) &= \text{ステビオシドの含量} (\%) + \text{ズルコシドAの含量} (\%) \\ &+ \text{レバウジオシドAの含量} (\%) + \text{レバウジオシドCの含量} (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充てん剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/水混液 (4 : 1)

流量 レバウジオシドAの保持時間が約 21 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

ステビオシド, 定量用 $C_{38}H_{60}O_{18}$

性 状 白色の粉末

確認試験 本品 0.6g を水 100ml に溶かし, 1-ブタノール 100ml を加え, よく振り混ぜた後, 放置する。1-ブタノール層 5 ml を試験管にとり, アントロン試液 5 ml を管壁に沿って静かに加え層積するとき, 接界面は, 青~緑色を呈する。

純度試験 類縁物質 本品 0.05g をアセトニトリル/水混液 (4 : 1) 50ml に溶かし, 検液とする。この液 1 ml を正確に量り, アセトニトリル/水混液 (4 : 1) を加えて正確に 100ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液のピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「ステビア抽出物」の定量法の操作条件を準用する。ただし, 流量は, ステビオシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 5.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

定量用ステビオシド ステビオシド, 定量用を見よ。

レバウジオシド A $C_{44}H_{70}O_{23}$

性 状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

比旋光度 $[\alpha]_D^{24} = -20 \sim -24^\circ$ 本品を 110℃で 2 時間乾燥し、その 0.05g をメタノール 50ml に溶かし、旋光度を測定する。

融 点 239～244℃

液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル アミノ基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用を見よ。

アミノ基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Uniscil Q NH₂ 又は同等品

カラム充てん剤 Wakosil 5NH₂ 又は同等品

スピルリナ色素

Spirulina Color

スピルリナ青色素

定義 本品は、スピルリナ (*Spirulina platensis* Geitler) の全藻から得られた、フィコシアニンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 25 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

性 状 本品は、青色の粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 25 に換算して 0.4g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH6.0) 100ml に溶かした液は、青色を呈し、赤色の蛍光を発する。

(2) (1)の溶液を、90℃で 30 分間加熱するとき、蛍光は消える。

(3) (1)の溶液 5ml に微粉末にした硫酸アンモニウム 3.3g を少量ずつ加えて溶かし、静置するとき、青色の不溶物を生じる。

(4) (1)の溶液 5ml に塩化鉄 (III) 試液 1ml を加えて 20 分間放置するとき、青緑~暗紫色に変わる。

(5) (1)の溶液 5ml に次亜塩素酸ナトリウム試液 0.1ml を加えるとき、液の色は淡黄色に変わる。

(6) 本品をクエン酸緩衝液 (pH6.0) に溶かした液は、波長 610~630nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH6.0)

測定波長 波長610~630nmの極大吸収部

〈試薬・試液〉

塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 9g を量り、水を加えて溶かして 100ml とする。

クエン酸緩衝液 (pH6.0)

第 1 液: クエン酸 21g を量り、水を加えてとかし、1,000ml とする。

第 2 液: リン酸二ナトリウム 71.6g を量り、水を加えてとかし、1,000ml とする。

第 1 溶液 72 容量と第 2 液 128 容量とを混和する。必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH を 6.0 に調整する。

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウムを有効塩素 5% としたものをを用いる。

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Uniscil Q NH_2 又は同等品

粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

塩化マグネシウム含有物

定義 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

含量 本品は、塩化マグネシウム ($\text{MgCl}_2=95.21$) として 12.0~30.0% を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の液体で、苦味がある。

確認試験 (1) 本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 4.8% 以下

本品 0.25g を量り、水を加えて溶かして 100ml とする。この液 2.0ml を量り、検液とする。比較液には、0.005mol/L 硫酸 0.50ml を用いる。

(2) 臭化物 Br として 2.5% 以下

本品 1.0g を量り、水を加えて溶かして 500ml とする。この液 10ml を量り、水を加えて 100ml とする。更にこの液 2ml を量り、水 3ml、希フェノールレッド試液 2ml 及びクロラミンT溶液 (1→10,000) 1ml を加え、直ちに混和し、2分間放置後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15ml を加えて混和した後、水を加えて 10ml とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110℃で 4時間乾燥した後、その 2.979g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とし、更にこの液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 5ml を正確に量り、希フェノールレッド試液 2ml 及びクロラミンT溶液 (1→10,000) 1ml を加え、直ちに振り混ぜる。以下検液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長 590nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(3) 重金属 Pb として $20 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

(4) 亜鉛 Zn として $70 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 4.0g を量り、水を加えて 40ml とし、試料液とする。試料液 30ml を量り、酢酸 5 滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2ml を加えて振り混ぜ、10分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14ml を量り、試料液 10ml 及び水を加えて 30ml とし、酢酸 5 滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2ml を加えて振り混ぜ、10分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム Ca として 4.0% 以下

定量法の A 液 20ml を正確に量り、水を加えて 100ml とし、酒石酸溶液 (1→5) 0.2ml を加え、更に 2,2',2''-ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10ml、水酸化カリウム溶液 (1→10) 10ml を加え、5分間放置した後、直ちに 0.01mol/L EDTA 溶液で滴定し、(指示薬 NN 指示薬約 0.1g) その消費量を bml とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$b \times 0.4008$$

$$\text{カルシウム (Ca) の量} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

(6) ナトリウム Naとして4.0%以下

本品1.0gを量り、水を加えて溶かし、1,000mlとする。この液10mlを量り、水を加えて200mlとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥した後、その2.542gを正確に量り、水を加えて溶かし、正確に1,000mlとする。この液2mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(7) カリウム Kとして6.0%以下

純度試験(6)の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを105℃で2時間乾燥した後、その1.907gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液3mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(8) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下(0.5g, 第1法, 装置B)

定量法 本品約2gを精密に量り、水を加えて正確に200mlとし、A液とする。A液5mlを正確に量り、水50ml及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)5mlを加え、0.01mol/L EDTA溶液で滴定し(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)、その消費量a mlを求める。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験(5)で得た消費量b mlを用い、次式により含量を求める。

$$\text{塩化マグネシウム (MgCl}_2\text{) の含量} = \frac{(a - 0.25b) \times 3.803}{\text{試料の採取量(g)}} \quad (\%)$$

〈試薬・試液〉

希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液、希を見よ。

フェノールレッド試液, 希

第1液: フェノールレッド33mgを量り、水酸化ナトリウム溶液(2→25)1.5ml及び水を加えて溶かし、100mlとする。

第2液: 硫酸アンモニウム25mgを量り、水235mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(2→25)105ml及び酢酸(3→25)135mlを加えて混和する。

第1液1容量と第2液19容量とを混和し、必要があれば、水酸化ナトリウム溶液又は酢酸を加えて、pH4.7に調整する。

タウリン (抽出物)

Taurine (extract)

タウリン

$C_2H_7NO_3S$

分子量125.15

2-Aminoethanesulfonic acid [107-35-7]

定義 本品は、魚介類又は哺乳動物の臓器又は肉から得られた、タウリンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものはタウリン ($C_2H_7NO_3S$) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 5 mlに希塩酸 5 滴および亜硝酸ナトリウム試液 (1→10) 5 滴を加えるとき、泡立ち、発生するガスは無色である。

(2) 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液7.5mlを加え、徐々に加熱して蒸発乾固し、さらに500°Cで2時間強熱して分解し、残留物に水5mlを加え、振り混ぜた後、ろ過し、ニトロプルシドナトリウム試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (0.5g, 水20ml)

(2) 塩化物 Cl として0.011%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L 塩酸0.30ml)

(3) 硫酸塩 SO_4 として0.014%以下 (1.5g, 比較液 0.005mol/L 硫酸0.45ml)

(4) アンモニウム NH_4 として0.02%以下

本品0.10gをフラスコにとり、水70mlを加えて溶かし、酸化マグネシウム1gを加え、蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液 (1→200) 10mlを入れて冷却器の下端をこの液に浸し、1分間5～7mlの留出速度に調節しながら留分30mlを得るまで蒸留し、水を加えて50mlとする。この液30mlをネスラー管にとり、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液6.0mlを加えて混和する。次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液4mlおよび水を加えて50mlとし、混和した後60分間放置する。このとき液の呈する色は比較液の色より濃くない。比較液はアンモニウム標準液2.0mlを試料と同様に操作して調製する。

(5) 硫酸呈色物

本品0.10gを94.5～95.5%硫酸1mlに溶かすとき、呈色しない。

(6) 重金属 Pb として20 $\mu g/g$ 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(7) ヒ素 As_2O_3 として4.0 $\mu g/g$ 以下 (0.50g, 第2法, 装置B)

乾燥減量 0.20%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.50%以下 (1.0g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水50mlを加えて溶かし、ホルマリン5mlを加え、0.1mol/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)。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1 ml = 12.52mg $C_2H_7NO_3S$

〈試薬・試液〉

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液

フェノール 5g 及びペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム 2水和物 0.025g を水に溶かし、500ml とする。冷暗所に保存する。

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液

次亜塩素酸ナトリウム ($\text{NaClO} = 74.44$) 1.05g に対応する容量の次亜塩素酸ナトリウム試液に水酸化ナトリウム 15g 及び水を加えて溶かし、1,000ml とする。用時調製する。

アンモニウム標準液

塩化アンモニウム 2.97g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 10ml を正確に量り、これに水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 1ml はアンモニウム (NH_4) 0.01mg を含む。

硫酸呈色物用硫酸

あらかじめ、次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え、硫酸 (H_2SO_4) 94.5~95.5% に調整する。保存中、水分を吸収して濃度が変わったときは使用しない。

定量法 硫酸約 2g を共栓フラスコ中に速やかに精密に量り、水 30ml を加え、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。(指示薬 プロモチモールブルー試液 2~3 滴)

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1ml = 49.04mg H_2SO_4

タマリンドシードガム

Tamarind Seed Gum

タマリンドガム

タマリンド種子多糖類

定義 本品は、タマリンド (*Tamarindus indica* Linné) の種子から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン、又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、白～淡褐色の粉末で、においがなく、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 2g を水酸化ナトリウム溶液 (1→125) 100ml に徐々に加え、激しくかき混ぜて溶液とする。この液 5ml に飽和硫酸ナトリウム溶液 3ml を注ぐとき、白色の塊を生ずる。

(2) (1) で得た溶液にヨウ素・ヨウ化カリウム試液数滴を静かに滴下するとき、滴下液面で濃青緑色の塊が生じる。これをかき混ぜると色は消える。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $20 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置 B)

(4) たん白質 3.0% 以下

本品約 0.5g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1ml = 0.8754mg たん白質

乾燥減量 14.0% 以下 (105°C, 5時間)

灰分 5.0% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。

また大腸菌は認めない。

タラガム

Tara Gum

定義 本品は、タラ (*Caesalpinia spinosa* Kuntze) の種子から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 (1) 「カロブビーンガム」の確認試験(1)と同様に操作するとき、粘性のある液体となる。

この液 100ml を水浴上で約 10 分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前より増加する。

(2) 「カロブビーンガム」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 酸不溶物 5.0%以下 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)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 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

(4) たん白質 3.5%以下

本品約 0.2g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 ml = 0.7984mg たん白質

(5) デンプン 本品 0.1g に水 10ml を加え、かき混ぜながら加熱して溶かし、放冷後、ヨウ素試液 2 滴を加えるとき青色を呈さない。

乾燥減量 15.0%以下 (105°C, 5 時間)

灰分 1.5%以下 (550°C, 1 時間)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。

また大腸菌は認めない。

ツヤプリシン (抽出物)

Thujaplicin (extract)

ヒノキチオール (抽出物)

Hinokitiol (extract)

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

2-Hydroxy-4-(1-methylethyl)cyclohepta-2,4,6-trien-1-one [499-44-5]

定義 本品は、アスナロ (ヒバ) (*Thujaopsis dolabrata* Siebold et Zuccarini) の幹枝又は根から得られた、ツヤプリシン類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、 β -ツヤプリシン ($C_{10}H_{12}O_2 = 164.20$) 98.0%~102.0%を含む。

性状 本品は、白~黄色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、特異なにおいがある。

確認試験 本品 0.1g にエタノール 10ml を加えて溶かし、塩化鉄(III)試液 1 滴を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0g, エタノール5.0ml)

(2) 重金属 Pbとして $20 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 1.7~2.0kPa, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.05%以下 (2g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、内標準溶液 1ml を正確に加え、さらにエタノールを加えて正確に 100ml とし、検液とする。別に定量用 β -ツヤプリシンを乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、内標準溶液 1ml を正確に加え、さらにエタノールを加えて正確に 100ml とし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、ジフェニルエーテル 1.0g を正確に量り、無水エタノールを加えて 5ml としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ $0.5 \mu\text{l}$ 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。検液及び標準液のジフェニルエーテルのピーク面積に対する β -ツヤプリシンのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

$$\beta\text{-ツヤプリシン } (C_{10}H_{12}O_2) \text{ の含量} = \frac{\text{定量用 } \beta\text{-ツヤプリシンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

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 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ジメチルポリシロキサンを $0.25 \mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C から 250°C まで毎分 10°C で昇温する。

注入口温度 250°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 β -ツヤプリシンのピークが約 7 分後に現れるように調整する。

<参考情報>

キャピラーカラム商品名 ; J&W DB-1

<試薬・試液>

定量用 β -ツヤプリシン β -ツヤプリシン, 定量用を見よ。

β -ツヤプリシン, 定量用 $C_{10}H_{12}O_2$

純度試験

- (1) 沸点 140~141°C (1.3kPa)
- (2) 融点 51~53°C
- (3) 類縁物質 本品0.2gを量り, エタノールを加えて溶かし100 mlとし, 検液とする。この液1 mlを正確に量り, エタノールを加えて正確に100 mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ0.5 μ lずつ量り, 「ツヤプリシン (抽出物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

ジフェニルエーテル $C_{13}H_{10}O$

性状 本品は, 無色の結晶で, 特異なにおいがある。

純度試験

- (1) 沸点 254~259°C
- (2) 融点 25~28°C
- (3) 類縁物質 本品 1.0g を酢酸エチル 100ml に溶かし, 検液とする。この液 1ml を正確に量り, 酢酸エチルを加えて正確に 100 ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5 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い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 12m のケイ酸ガラス製の細管にジメチルポリシロキサンを 1.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°Cから 300°Cまで毎分 10°Cで昇温する。

注入口温度 300°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジフェニルエーテルのピークが約 3 分後に現れるように調整する。

デキストラン

Dextran

定義 本品は、グラム陽性細菌 (*Leuconostoc mesenteroides* 又は *Streptococcus equinus*) の培養液より、分離して得られたものである。成分はデキストランである。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 本品の水溶液 (1→3,000) 1 ml にアントロン試液 2 ml を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗青緑色に変わる。更に硫酸 (1→2) 1 ml 又は酢酸 1 ml を加えても液の色は変わらない。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下 (1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として, 4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

(4) 総窒素 1.0%以下

本品約0.5gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

乾燥減量 10.0%以下 (105°C, 6時間)

強熱残分 2.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は1,000以下である。また大腸菌は認めない。

トコトリエノール

Tocotrienol

定義 本品は、イネ (*Oryza sativa* Linné) の米ぬか油、アブラヤシ (*Elaeis guineensis* Jacquin) のパーム油等より分別精製して得られたものである。主成分はトコトリエノールである。食用油脂を含むことがある。

含量 本品は、総トコトリエノールとして25%以上を含む。

性状 本品は、黄～赤褐色の粘性の液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品0.05gを無水エタノール10mlに溶かして、硝酸2mlを加え、約75℃で15分間加熱するとき、液は、だいたい～赤色を呈する。

純度試験 (1) 比重 0.94～0.99

(2) 酸価 5.0以下

本品約2.5gを精密に量り、エタノール/ジエチルエーテル混液(1:1)50mlを加え、検液とする。フェノールフタレイン試液数滴を加え、0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液で30秒間持続する紅色を呈するまで滴定し、次式により酸価を求める。ただし、使用する溶媒は、あらかじめ使用前にフェノールフタレイン試液を指示薬として30秒間持続する紅色を呈するまで0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液を加える。

$$0.02\text{mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)} \times 5.611$$

酸価 =

$$\frac{\text{試料の採取量 (g)} \times 5}{\text{酸価}}$$

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 装置B)

定量法 本品の総トコトリエノール約0.025gに対応する量を褐色メスフラスコに精密に量り、ヘキサンに溶かして、正確に100mlとし、検液とする。別に定量用 $d\alpha$ -トコフェロール、定量用 $d\beta$ -トコフェロール、定量用 $d\gamma$ -トコフェロール及び定量用 $d\delta$ -トコフェロールをそれぞれ約0.05gずつ精密に量り、それぞれ褐色メスフラスコに入れ、ヘキサンを加えて正確に100mlとし、標準原液とする。試料中のトコトリエノール同族体の組成比と、対応するトコフェロール同族体の組成比がほぼ同じになるように、標準原液を正確に量って混合し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ l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。検液の $d\alpha$ -トコトリエノール、 $d\beta$ -トコトリエノール、 $d\gamma$ -トコトリエノール及び $d\delta$ -トコトリエノールのピーク面積 $A_{T\alpha}$ 、 $A_{T\beta}$ 、 $A_{T\gamma}$ 及び $A_{T\delta}$ 並びに標準液の $d\alpha$ -トコフェロール、 $d\beta$ -トコフェロール、 $d\gamma$ -トコフェロール及び $d\delta$ -トコフェロールのピーク面積 $A_{S\alpha}$ 、 $A_{S\beta}$ 、 $A_{S\gamma}$ 及び $A_{S\delta}$ を測定し、次式により含量を求める。ただし、 $d\alpha$ -トコフェロール、 $d\beta$ -トコフェロール、 $d\gamma$ -トコフェロール及び $d\delta$ -トコフェロールの各トコフェロールの保持時間に対する $d\alpha$ -トコトリエノール、 $d\beta$ -トコトリエノール、 $d\gamma$ -トコトリエノール及び $d\delta$ -トコトリエノールの各トコトリエノールの相対保持時間は、それぞれ約1.1～1.3である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム充てん剤 5～10 μ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径 3～6 mm, 長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 ヘキサン/ジオキサン/2-プロパノール混液 (985 : 10 : 5)

流量 *d*α-トコフェロールの保持時間が約 7～8 分になるように調整する。

総トコトリエノール含量

$$= \frac{\frac{A_{T\alpha}}{A_{S\alpha}} \times S_{\alpha} + \frac{A_{T\beta}}{A_{S\beta}} \times S_{\beta} + \frac{A_{T\gamma}}{A_{S\gamma}} \times S_{\gamma} + \frac{A_{T\delta}}{A_{S\delta}} \times S_{\delta}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

S_{α} 標準液 100ml 当たりの *d*α-トコフェロールの量 (g)

S_{β} 標準液 100ml 当たりの *d*β-トコフェロールの量 (g)

S_{γ} 標準液 100ml 当たりの *d*γ-トコフェロールの量 (g)

S_{δ} 標準液 100ml 当たりの *d*δ-トコフェロールの量 (g)

***d*- γ -トコフェロール**

d γ -Tocopherol

γ -ビタミンE

定 義 本品は、油糧種子から得られた植物油脂又はミックストコフェロール（植物油脂から得られた*d* α -トコフェロール，*d* β -トコフェロール，*d* γ -トコフェロール及び*d* δ -トコフェロールを主成分とするものをいう。）より分離して得られた，*d* γ -トコフェロールを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含 量 本品は、総トコフェロールとして40%以上を含み，*d* γ -トコフェロールは総トコフェロールの70%以上である。

性 状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な液体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品0.05gを無水エタノール10mlに溶かし，硝酸2mlを加えて，約75℃で15分間加熱するとき，液は，だいたい～赤色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +20^\circ$ 以上

「*d* α -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2) 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

定 量 法 「*d* α -トコフェロール」の定量法を準用する。

d- δ -トコフェロール

d δ -Tocopherol

δ - ビタミンE

定 義 本品は、油糧種子から得られた植物油脂又はミックストコフェロール（植物油脂から得られた*d* α -トコフェロール，*d* β -トコフェロール，*d* γ -トコフェロール及び *d* δ -トコフェロールを主成分とするものをいう。）より分離して得られた，*d* δ -トコフェロールを成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含 量 本品は、総トコフェロールとして40%以上を含み，*d* δ -トコフェロールは総トコフェロールの60%以上である。

性 状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品0.05gを無水エタノール10mlに溶かし，硝酸 2ml を加えて，約75℃で15分間加熱するとき，液は，だいたい～赤色を呈する。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +20^\circ$ 以上

「*d* α -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2) 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

定 量 法 「*d* α -トコフェロール」の定量法を準用する。

トマト色素

Tomato Color

トマトリコピン

定義 本品は、トマト (*Lycopersicon esculentum* Miller) の果実から得られた、リコピンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 300 以上で、その表示量の 95~115%を含む。

性 状 本品は、褐~暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.1g に相当する量を取り、酢酸エチル 100ml に溶かした液は、だいだい色を呈する。

(2) 本品をヘキサンに溶かした液は、波長 438~450nm、波長 465~475nm 及び波長 495~505nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.1g に相当する量を取り、酢酸エチル 10ml に溶かし、検液とする。検液 5 μ l を量り、対照液を用いず、ヘキサン/アセトン混液 (7:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.7~0.8 付近に黄赤色のスポット (リコピン) を認める。このスポットの色は、5%亜硝酸ナトリウム溶液を噴霧し、続けて 0.5mol/L 硫酸を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 本品を精密に量り、アセトン/シクロヘキサン混液 (1:1) 25ml を加えて溶かし、ヘキサンを加えて正確に 100ml とする。その 2ml を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100ml とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 ヘキサン

測定波長 波長 465~475nm の極大吸収部

納豆菌ガム

Bacillus natto Gum

納豆菌粘質物

定義 本品は、納豆菌 (*Bacillus subtilis*) の培養液から得られた、ポリグルタミン酸を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、ポリグルタミン酸 70.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡褐色の吸湿性の強い粉末又は塊若しくは粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 ml を栓付試験管に入れ、塩酸 5 ml を加えた後、密封し、110℃で 24 時間加水分解する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (6→25) を加え、弱酸性に調整する。この液 5 ml にニンヒドリン試液 1 ml を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 1g を水 50ml に加えて 30 分間かき混ぜるとき、液は澄明になる。

(3) 本品 1g を塩酸 10ml に加えて 30 分間かき混ぜるとき、液は濁るか又は沈殿を生じる。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0g, 第 4 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50g, 第 1 法, 装置 B)

乾燥減量 15.0%以下 (減圧, 40℃, 24 時間)

強熱残分 43.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。また大腸菌は認めない。

定量法

本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、水に溶かして正確に 10ml とする。この液 5 ml を正確に量り、加水分解用試験管に入れ、塩酸 5 ml を正確に量って加えた後、密封し、110℃で 24 時間加水分解する。冷後、この液 1 ml を正確に量り、水を加えて正確に 200ml とし、検液とする。別に乾燥した定量用 L-グルタミン酸約 0.1g を精密に量り、塩酸 (1→6) 1 ml 及び水 20ml を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100ml とする。この液 5 ml を正確に量り、水を加えて正確に 200ml 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。検液及び標準液のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

ポリグルタミン酸の含量

$$= \frac{\text{定量用 L-グルタミン酸の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.8775 \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 570nm)

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 6 cm のステンレス管

カラム温度 55°C付近の一定温度

化学反応槽温度 135°C付近の一定温度

移動相 納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3)

反応試薬 納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液

移動相流量 グルタミン酸の保持時間が約7分になるように調整する。

反応試薬流量 0.35ml/分

<試薬・試液>

定量用 L-グルタミン酸 L-グルタミン酸, 定量用を見よ。

L-グルタミン酸, 定量用 $C_5H_9NO_4$ L-グルタミン酸 [K9047]

納豆菌ガム用緩衝液(pH3.3) クエン酸三ナトリウム 6.19g, 塩化ナトリウム 5.66g, クエン酸 19.80g, エタノール 130.0ml, 2,2'-チオジエタノール 5.0ml, ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル溶液 (1→4) 4.0ml, 及びオクタン酸 0.1ml を量り, 水を加えて溶かし, 1,000ml とする。

納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液 ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用を見よ。

ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用 第1液: ニンヒドリン 39g, アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム 81mg を 1-メトキシ-2-プロパノール 979ml に溶かし, 窒素を通じながら混合する。

第2液: 酢酸リチウム 204g, 酢酸 123ml, 1-メトキシ-2-プロパノール 401ml に水を加えて 1,000ml とし, 窒素を通じながら混合する。

第1液と第2液を 1:1 の割合で混合する。

2,2'-チオジエタノール $S(CH_2CH_2OH)_2$

本品は, アミノ酸分析用に製造したものである。

性状 本品は, 無~微黄色で, 澄明の液体である。

比重 1.178~1.188

水分 0.7%以下 (0.1g, 電量滴定法)

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル 日本薬局方ラウロマグロゴールを用いる。

オクタン酸 $CH_3(CH_2)_6COOH$ 本品は, アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は, 無~淡黄色で, 澄明の液体である。

凝固点 15~17°C

1-メトキシ-2-プロパノール $C_5H_{12}O_2$

性状 本品は、無色透明の液体である。

比重 0.920～0.925

屈折率 1.402～1.405

水分 0.5%以下 (0.1g, 電量滴定法)

アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用を見よ。

テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用 NaBH_4 本品は、アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は、白色の結晶性粉末である。

<参考情報>

装置商品名 日立 L-8800 形高速アミノ酸分析計

カラム商品名 日立カスタムイオン交換樹脂 #2622

ナリンジン

Naringin

ナリンギン

$C_{27}H_{32}O_{14}$

分子量 580.53

5-Hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxochroman-7-yl α -L-rhamnopyranosyl-(1→2)- β -D-glucopyranoside
[10236-47-2]

定義 本品は、グレープフルーツ (*Citrus × paradisi* Macfadyen) の果皮、果汁又は種子より、水又はエタノール若しくはメタノールで抽出し、分離して得られたものである。成分はナリンギンである。

含量 本品を乾燥したものは、ナリンギン ($C_{27}H_{32}O_{14}$ = 580.53) 90～110%を含む。

性状 本品は、白～微黄色の結晶である。

確認試験 (1) 本品 5mg を 50vol%エタノール 10ml に溶かし、塩化鉄(Ⅲ)溶液(1→500) 1～2滴を加えるとき、液は褐色を呈する。

(2) 本品 5mg を水酸化ナトリウム試液 5ml に溶かすとき、液は黄～だいたい色を呈する。

(3) 本品 0.010g を水 500ml に溶かした液は、わずかに苦味がある。また、その液は波長 280～285nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $20 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として $5.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

(4) メタノール $50 \mu\text{g/g}$ 以下

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験(4)の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約 5g をナス型フラスコAに精密に量り、水 100ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂 3～4滴を入れ、よく混和する。内標準溶液 2ml を正確に量り、メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らないように調整しながら1分間に2～3mlの留出速度で留分が約 45ml になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノール溶液(1→1,000)とする。別に、メタノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2ml 及び内標準溶液 4ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $2.0 \mu\text{l}$ 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500 (\mu\text{g/g})$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系
多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 10%以下 (105°C, 3 時間)

定量法 本品を 105°C で 3 時間乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 50vol% エタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過して, その 1ml を正確に量り, 水を加えて正確に 100ml とし, 水を対照に波長 280nm における吸光度 A を測定し, 次式により含量を求める。

$$\text{ナリンギン (C}_{27}\text{H}_{32}\text{O}_{14}) \text{の含量} = \frac{A}{28.0} \times \frac{10}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

<参考情報>

カラム: ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54

パラフィンワックス

Paraffin Wax

パラフィン

定義 本品は、石油の常圧及び減圧蒸留留出油から得た固形の炭化水素の混合物で、主として直鎖状の飽和炭化水素からなる。

性状 本品は、室温で無色、又は白色のやや透明性を帯びた固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 融点 43~75°C (第2種物質)

(2) 鉛 Pbとして3.0 μ g/g以下 (3.3 g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

(4) 硫黄化合物 本品4.0gに無水エタノール2mlを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に一酸化鉛を飽和した透明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜて80°Cで10分間加温した後、放冷するとき、液は、暗褐色を呈さない。

(5) 多環芳香族炭化水素

本操作に使用する全ての器具類は使用前に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで洗浄し、紫外線下で観察して蛍光汚染の検出が無いことを確認する。この試験で検出される多環芳香族炭化水素の一部は光酸化を非常に受けやすいので、全操作は減光下で実施する。

試料 150g を量り、500ml のビーカーに入れ、加熱融解し、均一にする。融解した試料 25g \pm 0.2g を 500ml 分液漏斗に入れ、ジメチルスルホキシド試液 100ml を加え、試料を融解状態に保つように加温しながら、イソオクタン試液 50ml を加え、2分間激しく振とうした後、放置する。3個の300ml 分液漏斗にそれぞれイソオクタン試液を 30ml 入れたものを準備する。500ml 分液漏斗中の液相が分離し、ろう様物質が析出するまで放冷する。下層(ジメチルスルホキシド試液層)を漏斗中に緩く詰めたガラスウール又はあらかじめ紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで洗浄したろ紙でろ過して、先に準備した1番目の300mlの分液漏斗に移して1分間振とうした後、放置する。分離した下層を、2番目の分液漏斗に入れ、イソオクタン試液で洗浄し、放置して分離した下層を3番目の分液漏斗に移してイソオクタン試液 30ml で同様に洗浄を行う。洗浄後、下層を2L分液漏斗に移す。なお、それぞれ300ml分液漏斗中の上層(イソオクタン試液層)は再度使用するので分液漏斗に入れたまま保存しておく。

先の500ml分液漏斗のイソオクタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液100mlで抽出し、抽出液を先と同様にろ過後、3個の300ml分液漏斗に保存しておいたイソオクタン試液層で順次洗浄する。この洗浄済ジメチルスルホキシド試液層を、先の2L分液漏斗に移す。更にもう一度、500ml分液漏斗のイソオクタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液100mlを用いて抽出し、ろ過後、先と同様に洗浄し、洗浄済ジメチルスルホキシド試液層を、先の2L分液漏斗に移す。最後に300ml分液漏斗のイソオクタン試液層は捨てる。

合計300mlのジメチルスルホキシド試液層の入った2L分液漏斗に水480ml及び紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン80mlを加えて2分間激しく振とうし、1回目のイソオクタンによる抽出を行う。静置後、下層を別の2L分液漏斗に移し、これに新たな紫外吸収スペクトル測定用イソオ

クタン 80ml を加えて2分間激しく振とうし、2回目のイソオクタン抽出を行う。下層は捨てる。最初の2L 分液漏斗に残してあった上層を水 100ml で1分間振とうして洗浄する操作を3回繰り返す。1回目イソオクタン抽出液とする。洗浄に使用した蒸留水は捨てる。同様に、2回目のイソオクタン抽出で得た上層を水 100ml で1分間振とうして洗浄する操作を3回繰り返す。これを2回目イソオクタン抽出液とする。

1回目イソオクタン抽出液を、紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンであらかじめ洗浄した無水硫酸ナトリウム 35g を詰めた 30ml のガラスろ過器を通して、300ml 三角フラスコに入れる。最初の2L 分液漏斗を2回目イソオクタン抽出液で洗浄し、先の無水硫酸ナトリウムを通し、先の三角フラスコに入れる。更に20ml の紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで2番目及び最初の2L 分液漏斗を続けて洗浄し、洗液を先の無水硫酸ナトリウムを通して先の三角フラスコに入れる。蒸留フラスコの中に合わせたイソオクタン抽出液に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン 1ml を加えた後、窒素気流下で残留物が 1ml になるまでイソオクタンを蒸発させる。残留物に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 10ml を加え、再び 1ml になるまで蒸発させる。更に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 10ml を加え、1ml になるまで蒸発させる。

残留物を紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンに溶かし、25ml のメスフラスコに移し、紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを加えて正確に 25ml とし、検液とする。別に試料なしで検液と同様に操作して得られた液を対照液とする。光路長 5 cm のセルを用いて検液の吸光度を測定するとき、下記の値を越えない。

波長 (nm)	吸光度/cm 光路長
280~289	0.15
290~299	0.12
300~359	0.08
360~400	0.02

- (6) 硫酸呈色物 本品5.0gをネスラー管に入れ、80℃の水浴中で加温して融解した後、94.5~95.5% 硫酸 5ml を加える。これを80℃の水浴中で1分間加温した後、とり出して直ちに数秒間激しく振り混ぜる。更にこの操作を3回繰り返した後、80℃の水浴中で30秒間放置するとき、分離する硫酸層の色は、塩化第二鉄比色標準原液3.0ml、塩化第一コバルト比色標準原液1.5ml及び硫酸銅比色標準原液0.5mlをネスラー管中で混合した液の色より濃くない。

強熱残分 0.10%以下

試薬・試液

ジメチルスルホキシド試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300ml を 1L の分液漏斗に入れ、リン酸 75ml を加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 150ml を加えて振り混ぜ、更に 10 分間放置し、下層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

イソオクタン試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300ml を 1L の分液漏斗に入れ、リン酸 75ml を加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 150ml を加えて振り混ぜ、さらに 10 分間放置し、上層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 2, 2, 4-トリメチルペンタン，紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

2, 2, 4-トリメチルペンタン，紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$

本品 180ml に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン 1ml を加え、水浴上で窒素気流下に残留物が 1ml になるまで濃縮する。残留物に本品を加えて溶かし、正確に 25ml とし、検液とする。本品を対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき、波長 280~400nm において 0.01cm^{-1} 以下である。

紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン ヘキサデカン，紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

ヘキサデカン，紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$

本品 1ml に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを加えて正確に 25ml とし、検液とする。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき、波長 280~400nm において 0.00cm^{-1} 以下である。必要があれば、活性シリカゲルを充てんしたカラムを通すか又は蒸留によって精製する。

<参考情報>

1) 紫外吸収スペクトル用イソオクタン

- ① 同仁化学研究所製 スペクトロゾール イソオクタン
- ② 和光純薬製 吸収スペクトル用イソオクタン

2) 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド

- ① 同仁化学研究所製 スペクトロゾール dimethylsulfoxide
- ② 和光純薬製 吸収スペクトル用 ジメチルスルホキサイド dimethylsulfoxide

3) 紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン

- ① Acros製 (キシダ化学取扱い) n-ヘキサデカン (99%)
- ② 東京化成製 SUグレード n-ヘキサデカン

微小繊維状セルロース

Microfibrillated Cellulose

定義 本品は、パルプ又は綿を微小繊維状にして得られた、セルロースを主成分とするものである。

性状 本品は白色の湿った綿状である。

確認試験 (1) 本品を薄い皮膜状に乾燥し、細かく切断あるいはほぐしたものにつき、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。ただし、主な吸収帯の透過率が30～80%の範囲になるように錠剤を調製する。

(2) 乾燥物換算して5.0gに対応する量の本品を量り、全体が100gになるように水を加え、羽根刃直径約35mm、カップ容量約150ml（カップ：上部内径約59mm、下部内径約44mm、深さ約75mm）のホモジナイザーにより毎分10,000～12,000回転で3分間強制的にかき混ぜるとき、混合物は白色不透明の分散状態となり、3時間後も分離せずその状態を保つ。

(3) 乾燥物換算して1.0gに対応する量の本品を量り、水を加えて100gとし、確認試験(2)と同様のホモジナイザーにより毎分10,000～12,000回転で3分間かき混ぜて得られた白濁液を静止状態の直径20cm、受器付き標準網ふるい25 μ mにのせ、10秒間横方向に軽く振動を加えてこし、通過する澄明又は白濁した液を蒸発乾固するとき、残留物の質量は0.30g以下である。

純度試験 (1) 液性 pH5.0～8.0 (2.0g、水100ml 懸濁液)

(2) 鉛 Pbとして2.0 μ g/g以下 (乾燥物換算して5.0gに対応する量、第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (乾燥物換算して1.0gに対応する量、第3法、装置B)

(4) 水可溶物 0.50%以下

乾燥物換算して4.0gに対応する量の本品を量り、水200mlを加え、長さ約13mm、最大幅約16mmの羽4枚からなる高速分散機により毎分5,000回転で5分間かき混ぜた分散液を定量分析用ろ紙（5種C）で吸引ろ過し、ろ液50mlをとり水浴上で蒸発乾固する。残留物を120℃で1時間乾燥し、デシケーターで放冷後、質量を精密に量る。

乾燥減量 60.0～92.0% (5g、120℃、5時間)

灰分 0.50%以下 (乾燥物換算して2.0gに対応する量)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は5,000以下である。また大腸菌は認めない。

<参考情報>

高速分散機の具体的な代表的機種：メーカー名—特殊機化工業(株)、商品名—T.K. ホモディスペアーf model、攪拌羽根—折畳式特殊攪拌翼（クローバー羽根）

フクロノリ抽出物

Fukuronori Extract

定義 本品は、フクロフノリ (*Gloiopeltis furcata* J. Agardh) の全藻から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、白～褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 4 g を水 200 ml に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80℃ に保ち、均一な粘稠な液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(2) (1) で得た溶液 50 ml に塩化カリウム 0.2 g を加え、再び加温し、よくかき混ぜた後室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(3) 本品 0.1 g を水 20 ml に加えて、塩化バリウム溶液 (3 → 25) 3 ml 及び塩酸 (2 → 5) 5 ml を加えてよく混和し、必要があれば沈殿を分離して分離液を 10 分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生ずる。

純度試験 (1) 粘度 5.0 mPa・s 以上 (1.5% 75℃)

(2) 硫酸基 5～30% (「加工ユーケマ藻類」の純度試験(4)を準用する。)

(3) 酸不溶物 2.0% 以下 (「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)を準用する。)

(4) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.5g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(5) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 12.0% 以下 (105℃, 5 時間)

灰分 5～30% (乾燥物換算)

酸不溶性灰分 1.0% 以下

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下である。

また大腸菌は認めない。

プルラン

Pullulan

定義 本品は、糸状菌 (*Aureobasidium pullulans*) の培養液より、分離して得られた多糖類である。成分はプルランである。

性状 本品は、白～淡黄白色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品10gを水100mlにかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき、粘稠な溶液となる。
(2) (1)で得た溶液10mlにプルラナーゼ試液0.1mlを加えて混和し放置するとき、粘性がなくなる。
(3) 本品の水溶液(1→50) 10mlにポリエチレングリコール600を2ml加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 動粘度 $15\sim 180\text{ mm}^2\text{ s}^{-1}$

本品を乾燥した後、その10.0gを正確に量り、水を加えて溶かし、正確に100gとし、 $30\pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度を測定する。

(2) 重金属 Pbとして $5.0\mu\text{g/g}$ 以下(4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) 鉛 Pbとして $2.0\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として 2.0g/g 以下(1.0g, 第3法, 装置B)

(5) 総窒素 0.05%以下

本品約3gを精密に量り、窒素定量法セミマイクロケルダール法により試験を行う。ただし、分解に用いる硫酸の量は12mlとし、加える水酸化ナトリウム溶液の量は40mlとする。

(6) 単糖類及び小糖類 12.0%以下

本品を乾燥し、その0.800gを水100mlに溶かして試料原液とする。試料原液1mlに塩化カリウム飽和溶液0.1mlを加えた後、メタノール3mlを加えて激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し、その上澄液を試料液とする。別に試料原液1mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとし、標準原液とする。試料液0.2mlを正確に量り、氷水中で冷却したアントロン・硫酸(3→4)溶液(1→500) 5mlに静かに加えて直ちに混和し、 90°C で10分間加温した後、直ちに冷却し、検液とする。標準原液及び水をそれぞれ0.2mlずつ正確に量り、検液の場合と同様に操作してそれぞれを標準液及び空試験液とする。検液、標準液及び空試験液につき水を対照として波長620nmにおけるそれぞれの吸光度 A_T 、 A_S 及び A_0 を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{単糖類及び少糖類の含量} = \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 8.2 \times 100(\%)$$

乾燥減量 8.0%以下(90°C , 減圧, 6時間)

強熱残分 5.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下である。また大腸菌は認めない。

<試薬・試液等>

プルラナーゼ

本品は、細菌 (*Bacillus*, *Klebsiella*, *Sulfolobus solfataricus*) の培養物より得られたプルランを分解する酵素 (pullulan 6-glucanohydrolase, EC 3.2.1.41) である。

本品は、プルランの α -1,6-グルコシド結合を加水分解し、マルトトリオースを生成する。

活性単位 プルランを基質とし、pH5.0, 30°Cで作用するとき、1分間に1 μ mol のマルトトリオースを遊離する酵素量を1単位とする。

プルラナーゼ試液

プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1ml当たり10単位とする。

ポリエチレングリコール 600

本品は、平均分子量560~640のポリエチレングリコールである。

性状 無~微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

確認試験 本品0.05gを希塩酸5mlに溶かし、塩化バリウム溶液(12→100)1mlを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸溶液(1→10)1mlを加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 液性 pH4.0~7.0 (5g, 水100ml, 25°C)

(2) 粘度 (25°C) 100~150mm²s⁻¹

本品200mlにつき、回転粘度計により測定する。

(3) 凝固点 15~25°C

(4) 酸 CH₃COOHとして0.1%以下

本品10gを二酸化炭素を含まない水50mlに溶かし、これにフェノールフタレイン溶液3滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。

ただし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mlは、CH₃COOHとして0.006005gに相当する。

水分 0.3%以下 (2g, 直接滴定)

平均分子量 560~640 無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピリジン300mlを正確に入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。この液25mlを正確に量り、約200mlの耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約2.4gを精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ98±2°Cに加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。98±2°Cで30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液50mlを正確に加え、更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

平均分子量=試料の量(g)×4,000/(a-b)

ただし、a:空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(ml)

b:試料の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(ml)

ベタイン

Betaine

C₅H₁₁NO₂

分子量 117.15

2-(N,N,N-Trimethylammonio)acetate [107-43-7, 無水物]

定義 本品は、サトウダイコン (*Beta vulgaris* Linné) の糖蜜より、分離して得られたものである。成分はベタインである。

含量 本品を乾燥したものは、ベタイン (C₅H₁₁NO₂) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水10ml)

(2) 液性 pH5.0~7.0 (1.0g, 水20ml)

(3) 塩化物 Clとして0.005%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.15ml)

(4) 硫酸塩 SO₄として0.01%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.20ml)

(5) 重金属 Pbとして5.0μg/g以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(6) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

乾燥減量 3.0%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下 (500℃, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に定量用ベタインを減圧下で105℃, 3時間乾燥し、その0.5g及び1.0gを正確に量り、それぞれ水に溶かして正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液を10μl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。2濃度の標準液におけるベタインのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のベタインのピーク面積から検液中のベタインの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ベタイン(C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{)の含量} = \frac{\text{検液中のベタインの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 70℃

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

〈定量用試薬・試液〉

定量用ベタイン ベタイン 1水和物を見よ。

ベタイン，定量用 ベタイン 1水和物を見よ。

ベタイン 1水和物 $C_5H_{11}NO_2 \cdot H_2O$

性状 本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品を乾燥し、その約1gを量り、水に溶かして正確に100mlとし、検液とする。この検液 1 mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4mm，長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 70°C

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

乾燥減量 12.0～14.6% (105°C，減圧，3時間)

[参考情報]

使用カラム商品名 Shodex USPpak MN-431 (Ca型)

ヘマトコッカス藻色素

Haematococcus Algae Color

定義 本品は、ヘマトコッカス (*Haematococcus* spp.) の全藻から得られた、アスタキサンチン類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 600 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

性 状 本品は、だいたい~暗褐色の塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 100ml に溶かした液は、だいたい黄~赤だいたい色を呈する。

(2) (1)の液 0.1ml に、硫酸 5ml を加えるとき、液の色は青緑~暗青色に変わる。

(3) 本品をアセトンに溶かした液は、波長 460~480nm に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 10ml に溶かし、検液とする。検液 5 μ l を量り、対照液を用いず、ヘキサン/アセトン混液 (7:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.4~0.6 付近に赤だいたい色のスポットを認める。このスポットの色は 5% 亜硝酸ナトリウム溶液を噴霧し、次に 0.5mol/L 硫酸を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 460~480nm の極大吸収部

ヘム鉄

Heme Iron

定義 本品は、ヘモグロビンをタンパク分解酵素で処理したものより、分離して得られたものである。主成分はヘム鉄である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、鉄 (Fe=55.85) 1.0~2.6%を含む。

性状 本品は、褐~黒褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.010gに硫酸(1→20) 1ml及び硝酸 1mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物を塩酸(1→2) 10mlに溶かした液にチオシオン酸アンモニウム溶液(2→25)を加えるとき、液は赤色を呈し、これに塩酸を加えて酸性とするとき液の赤色は退色しない。

(2) 本品 5mgにピリジン・水酸化ナトリウム試液10mlを加えて溶かし、次亜硫酸ナトリウム0.1gを加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 本品0.010gに硝酸 5mlを加えて加熱するとき、液は黄色を呈し、冷後、アンモニア水を加えてアルカリ性とするとき、液の色はだいたい黄色に変わる。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 5.0%以下 (105°C, 5時間)

強熱残分 12.0%以下

定量法 本品約 10gを精密に量り、硫酸(1→20) 5ml及び硝酸 5mlを加えて潤し、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450~550°Cで強熱して灰化する。残留物に塩酸(1→2) 10mlを加え、不溶物がほとんどなくなるまで煮沸した後、水 20mlを加えてろ過する。不溶物を水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に 100mlとする。この液 25mlを正確に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム 2gを加え、直ちに密栓して暗所に 15分間放置した後、水 100mlを加え、遊離したヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液)。別に空試験を行い、補正する。更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1ml = 5.585mg Fe

試薬・試液

ピリジン・水酸化ナトリウム試液

水酸化ナトリウム 1.2gを水 200mlに溶かし、ピリジン 100mlを加えて混和する。

ベントナイト

Bentonite

定義 本品は、鉱床より採掘して得られたベントナイトを乾燥して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は、白～淡黄褐色の粉末又はフレーク状で、湿らすと、土や粘土ようのにおいがする。

確認試験 (1) 本品 0.5g に硫酸(1→3) 3ml を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20ml を加えてろ過し、ろ液 5ml にアンモニア試液 3ml を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。これにアリザリンS 溶液(1→1,000) を加えるとき、沈殿の色は赤色に変わる。

(2) (1)のろ過残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液(1→10,000) 2ml を加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈する。

(3) 本品 6.0g に酸化マグネシウム 0.3g を混和し、水 200ml を入れた 500ml の共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、1 時間振とうした後、この懸濁液 100ml を 100ml のメスシリンダーに移し、24 時間放置するとき、上層に分離する澄明な液は、2ml 以下である。

純度試験 (1) 液性 pH8.5～10.5 (2%懸濁液)

(2) 鉛 Pb として 40 μ g/g 以下

本品 2.0g を量り、塩酸(1→10) 12ml 及び水 8ml を加え、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸した後、蒸発乾固し、更に 100℃で 1 時間乾燥する。残留物に塩酸(1→10) 20ml を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液をろ過する。残留物に、更に塩酸(1→10) 10ml を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液を先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、更に水を加えて 100ml とし、A 液とする。A 液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸(1→10) を加えて溶かして 20ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0ml に塩酸(1→10) を加えて 10ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下

(2)の A 液 25ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 12.0%以下 (105℃, 2 時間)

ε-ポリリシン

ε - Polylysine

ε - ポリリジン

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces albulus*) の培養液より、イオン交換樹脂を用いて吸着、分離して得られたものである。成分はε-ポリリシンである。デキストリンを含むことがある。

含量 本品は、ε-ポリリシン25%以上で、その表示量の95~115%を含む。

性状 本品は、淡黄色の液体又は吸湿性の強い淡黄色の粉末で、わずかに苦味を有する。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 1mlにドラーゲンドルフ試液 1mlを加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

(2) 本品0.1gをリン酸緩衝液 (pH6.8) 100mlに溶かした液 1mlにメチルオレンジ試液 1mlを加えるとき、赤褐色の沈澱を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 1mlに塩酸 1mlを加え、110℃で24時間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えてpH 6~8に調整し、検液とする。別にL-リシン塩酸塩0.010gを水10mlに溶解し、対照液とする。検液及び対照液 2 μlずつを量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、ニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧し、90℃で10分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た赤紫色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして10 μg/g以下 (ε-ポリリシン2.0gに対応する量、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (ε-ポリリシン0.5gに対応する量、第3法、装置B)

強熱残分 1.0%以下 (ε-ポリリシン0.5gに対応する量)

定量法 ε-ポリリシンとして約0.25gに対応する量の本品を精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に50mlとする。この液 1mlを量り、内標準溶液10mlを加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mlとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、L-フェニルアラニン0.15gを量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mlとする。別に定量用ε-ポリリシン塩酸塩を105℃で3時間乾燥し、その約0.3gを精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mlとする。この液25mlを量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとする。この液 6ml, 8ml及び10mlを正確に量り、それぞれに内標準溶液10mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mlとし、標準液とする。ε-ポリリシン塩酸塩に対するε-ポリリシンの質量比は0.7785としてε-ポリリシン濃度を算出する。検液及び標準液をそれぞれ100 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。3濃度の標準液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比と標準液に含まれるε-ポリリシン濃度から検量線を作成する。検液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 215nm)

カラム充てん剤 5～10 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 40℃付近の一定温度

移動相 リン酸二カリウム1.74g及び硫酸ナトリウム1.42gを水約800mlに溶かし, リン酸でpHを3.4に調整した後, 水を加えて1,000mlとする。この液920mlにアセトニトリル80mlを加える。

流量 ϵ -ポリリシンの保持時間が約4分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用 ϵ -ポリリシン塩酸塩 ϵ -ポリリシン塩酸塩, 定量用を見よ。

ϵ -ポリリシン塩酸塩、定量用

性状 本品は, 白～淡黄色の粉末である。

確認試験 本品0.1gをリン酸緩衝液 (pH6.8) 100mlに溶かした液1mlにメチルオレンジ試液1mlを加えるとき, 赤褐色の沈殿を生ずる。

純度試験 類縁物質 本品0.015gを量り, 移動相と同一組成の液100mlに溶かし, 検液とする。この液2mlを正確に量り, 移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液それぞれを100 μ lずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件 「 ϵ -ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

L-フェニルアラニン $C_9H_{11}NO_2$ 「L-フェニルアラニン」

〈参考情報〉

定量用カラム

東ソー製 TSKgel ODS-120T ϕ 4.6mm×25cm がある。

カラム充てん剤

東ソー製 TSKgel ODS-120T ϕ 4.6mm×25cmがある。

マイクロクリスタリンワックス

Microcrystalline Wax

マイクロクリスタリンワックス

定義 本品は、石油の減圧蒸留の残渣油又は重質留出油から得られた固形の炭化水素の混合物で、主として分枝状及び直鎖状の飽和炭化水素からなる。

性状 本品は、室温で無色若しくは白～黄色のやや透明性を帯びた固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 融点 70～95℃ (第2種物質)

(2) 鉛 Pbとして3.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (3.3g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

(4) 多環芳香族炭化水素 「パラフィンワックス」の純度試験(5)を準用する。

強熱残分 0.10%以下

マクロホモプシスガム

Macrophomopsis Gum

マクロホモプシス多糖類

定義 本品は、マクロホモプシス属菌 (*Macrophomopsis (Fisicocum)*) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、淡黄～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5gを熱湯100mlにかき混ぜながら徐々に加えた後、室温まで冷却するとき、粘稠な液体となる。

(2) 本品0.1gを熱湯100mlにかき混ぜながら徐々に加えた後、ホモジナイザーを用いて毎分8,000回転以上で15分間かき混ぜ、溶解する。冷後、この液5mlを試験管にとり、2-プロパノール1mlを加えてよく混ぜ、水浴中で10分間加熱し、再びよく混ぜた後、室温に2時間放置するとき、ゲルを形成する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下 (2.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 総窒素 1.0%以下 (乾燥物換算)

本品約0.3gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

(5) 2-プロパノール 0.50%以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の装置を準用する。

(ii) 操作法

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の操作法を準用して検液及び内標準溶液を調製する。別に2-プロパノール約0.5gを精密に量り、水を加えて正確に50mlとする。この液5mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとする。この液10ml及び内標準溶液4mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 μ mのガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2.5 時間)

灰 分 10.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下である。また大腸菌は認めない。ただし、大腸菌の場合、本品 1 g を量り、試料液を調製する。

〈参考情報〉

カラム ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54 がある。

ムラサキイモ色素

Purple Sweet Potato Color

定義 本品は、サツマイモ (*Ipomoea batatas* Poiret) の塊根から得られた、シアニジンアシルグルコシド及びペオニジンアシルグルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

性状 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.0g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml に溶かした液は、赤~暗紫赤色を呈する。

(2) (1)の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 515~535nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として $8.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.25g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 515~535nm の極大吸収部

ムラサキトウモロコシ色素

Purple Corn Color

ムラサキコーン色素

定義 本品は、トウモロコシ (*Zea mays* Linné) の種子から得られた、シアニジン 3-グルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は 30 以上で、その表示量の 90~120% を含む。

性 状 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 30 に換算して 1 g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml に溶かした液は、赤~暗赤だいたい色を呈する。

(2) (1) の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 505~525nm に極大吸収部がある。

(4) (1) の溶液 10ml をとり、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 100ml とし、検液とする。別にシアニジン 3-グルコシド塩化物 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5 ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μ l 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とき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のシアニジン 3-グルコシド塩化物のピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 515nm)

カラム充てん剤 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 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 4%リン酸溶液/メタノール混液 (73:27)

流量 シアニジン 3-グルコシド塩化物の保持時間が約 10 分になるように調整する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) フモニシン B₁ 0.3 μ g/g 以下 (色価 30 に換算)

本品の表示量から、色価 30 に換算して約 5 g に相当する量を精密に量り、メタノール/水混液 (3:1) 80ml を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて pH 8~9 に調整し、メタノール/水混液 (3:1) を加えて正確に 100ml とし、試料液とする。内径約 15mm のガラスあるいはポリプロピレン製のカラムにトリメチルアミノプロピル化シリカゲル約 2 g を充てんし、メタノール及びメタノール/水混液 (3:1) で順次洗浄する。試料液 10ml をカラムに注ぎ、流出液は捨てる。このカラムをメタノール/水混液 (3:1) 20ml, 次いでメタノール 10ml で洗浄する。その後メタノール/酢酸混液 (99:1) 20ml を注ぐ。流出液を 40°C 未満、減圧状態で乾固させた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) 0.2ml を加えて溶かし、検液とする。別にフモニシン B₁ 約 0.01g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 ml とする。更にこの液 10ml, 5ml, 1ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えてそれぞれ正確に 200 ml とし、標準液とする。検液及び標準液のそれぞれ 0.1ml に対し、フタルアルデヒド試薬 0.1ml を加えて混和する。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り、フタルアルデヒド試薬添加後 1 分以内に、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。3 濃度の標準液のフモニシン B₁

のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のフモニシンB₁のピーク面積を測定し、検量線から検液中のフモニシンB₁量を求める。

操作条件

検出器 蛍光光度計 (励起波長 335 nm, 蛍光波長 440 nm)

カラム充填剤 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 内径 4.6 mm, 長さ 15cm のステンレス管

温度 25℃

移動相 メタノール/リン酸緩衝液 (pH 3.3) 混液 (7:3)

流量 フモニシンB₁の保持時間が約 17 分になるように調整する。

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 505~525nm の極大吸収部

〈試薬・試液〉

シアニジン3-グルコシド塩化物 C₂₁H₂₁ClO₁₁

確認試験 (1) 本品 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5 ml とした液は、赤~暗赤だいたい色を呈する。

(2) (1) の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性とするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 505~525nm に極大吸収部がある。

(4) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3,378cm⁻¹, 1,640cm⁻¹, 1,332cm⁻¹, 1,070cm⁻¹及び630cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験(1)の液を検液とする。検液 1 ml を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に 100ml とし、比較液Aとする。検液及び比較液Aにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液Aの主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の3倍までとする。

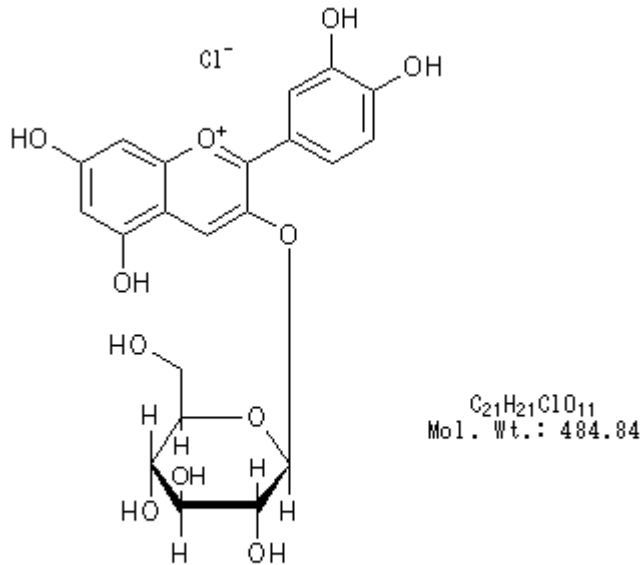
操作条件

検出感度以外の操作条件は、「ムラサキトウモロコシ色素」の確認試験(4)の操作条件を準用する。

検出感度 比較液A 1 ml を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に 20ml とし、比較液Bとする。比較液B 10 μl から得られた主ピークのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、比較液A 10 μl から得られた主ピークのピーク高さがフルスケールの約 20%になるように調整する。

〈参考情報〉

シアニジン 3-グルコシド塩化物 Cyanidin 3-glucoside chloride



cyanidin 3-glucoside chloride

トリメチルアミノプロピル化シリカゲル イオン交換系吸着剤用に製造されたもの。

フタルアルデヒド試液 *o*-フタルアルデヒド 0.040g をメタノール 1ml に溶かした液にホウ酸ナトリウム溶液 (1→50) 1ml 及び 2-メルカプトエタノール 0.05ml を加えて混和する。遮光した容器に密栓して保存する。調製後 1 週間以内に使用する。

***o*-フタルアルデヒド** $C_6H_4(CHO)_2$

性 状 本品は、淡黄～黄色の結晶である。

純度試験 類縁物質 本品 1g をエタノール 10ml に溶かし、検液とする。この液 1ml を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ $10\mu l$ ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 7 倍までとする。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 10% のメチルシリコンポリマー

担体 酸及びシラン処理した $177\sim 250\mu m$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 $180^\circ C$ 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 毎分約 50ml の一定量で *o*-フタルアルデヒドの保持時間が 3～4 分になるように調整する。

フモニシンB₁ $C_{34}H_{59}NO_{15}$

性状 本品は、白～黄白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,450\text{cm}^{-1}$ 、 $2,934\text{cm}^{-1}$ 、 $1,730\text{cm}^{-1}$ 及び $1,632\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 本品 0.010g を水／アセトニトリル混液（1：1）10ml に溶かし、検液とする。検液 10 μl を量り、対照液を用いず、メタノール／水混液（7：3）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。これにバニリン 1g を硫酸／エタノール混液（4：1）100ml に溶かした液を噴霧し、自然光下で観察するとき、一つのスポット以外のスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層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を使用する。

2-メルカプトエタノール $\text{HSCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

性状 本品は、無色澄明の液体である。

比重 d_4^{20} 1.112～1.117

バニリン $C_8H_8O_3$ [K 9544:1994]

リン酸緩衝液 (pH3.3)

リン酸一ナトリウム 12g を量り、水を加えて溶かして 1,000ml とする。これにリン酸を混和し、pH3.3 に調整する。

メナキノン (抽出物)

Menaquinone (Extract)

ビタミンK₂ (抽出物)

Vitamin K₂ (Extract)

C₃₁H₄₀O₂

分子量 444.65

2-Methyl-3-((2E,6E,10E)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraenyl)naphthalene-1,4-dione [863-61-6]

定義 本品は、アルトロバクター属菌 (*Arthrobacter nicotianae*) の培養液から得られた、メナキノン-4を主成分とするものである。

含量 本品を無水物換算したものは、メナキノン-4 (C₃₁H₄₀O₂) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末、ろう様の塊又は油状の物質である。

確認試験 本品を酸化リン(V)を乾燥剤としたデシケーター中で減圧下、40℃、24時間放置し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)。

(2) ヒ素 As₂O₃として2.0μg/g以下(1.0g, 第3法, 装置B)。

(3) メナジオン 本品0.20gに無水エタノール溶液(1→2)5mlを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液0.5mlに3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンの無水エタノール溶液(1→20)1滴及びアンモニア水1滴を加え、2時間放置するとき、液は青紫色を呈しない

水分 0.50%以下(0.50g, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行なう。本品及び定量用メナキノン-4(あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gずつを精密に量り、それぞれを2-プロパノール50mlに溶かし、更に無水エタノールを加えて正確に100mlとする。この液10mlずつを正確に量り、それぞれに無水エタノールを加えて正確に100mlとする。この液2mlずつを正確に量り、それぞれにフィトナジオンの2-プロパノール溶液(1→20,000)4mlを正確に加えて、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μl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。検液及び標準液のフィトナジオンのピーク面積に対するメナキノン-4のピーク面積比Q_T及びQ_Sを求め、次式により含量を求める。

メナキノン-4 (C₃₁H₄₀O₂) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用メナキノン-4の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 270nm)

カラム充てん剤 5μm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 内径約 5mm, 長さ約 15cm のステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

移動相 メタノール

流量 メナキノン-4 の保持時間が約 7 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用メナキノン-4 メナキノン-4, 定量用を見よ。

メナキノン-4, 定量用 $C_{31}H_{40}O_2$

性状 本品は, 黄色の結晶性の粉末又は粉末である。

融点 36.0~38.0℃

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (100mg, ヘキサン 1 ml)

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 0.1g を量り, 2-プロパノール 50ml に溶かし, 更に無水エタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 10ml を正確に量り, 無水エタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り, 2-プロパノール 4ml を正確に加えて, 検液とする。検液 2ml を正確に量り, 2-プロパノール/エタノール混液 (2 : 1) を加えて, 正確に 100ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「メナキノン (抽出物)」 の定量法の操作条件を準用する。

フィトナジオン $C_{31}H_{46}O_2$

日本薬局方フィトナジオンを用いる。

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン $C_{10}H_{10}N_2O$ [K 9548:1994]

酸化リン (V) P_2O_5

酸化りん(V) [K 8342 : 1994]

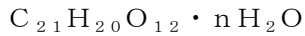
〈参考情報〉

メナキノン-4, 定量用

和光純薬工業社製 Menaquinone-4 Standard …メナキノン-4 標準品 高速液体クロマトグラフ用 [日清製粉] がある。

ヤマモモ抽出物

Chinese Bayberry Extract



5,7-Dihydroxy-2-(3,4,5-trihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yl α -L-rhamnopyranoside hydrate

[17912-87-7, ミリシトリン無水物 ; 1329-17-5, ミリシトリン 2 水和物]

定 義 本品は、ヤマモモ (*Myrica rubra* Siebold et Zuccarini) の果実、樹皮又は葉から抽出して得られたものである。主成分はミリシトリンである。

含 量 本品を無水物換算したものは、ミリシトリン ($C_{21}H_{20}O_{12}$ = 464.38) 95.0~105.0%を含む。

性 状 本品は、ごくうすい黄色の粉末又は塊で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5mg をエタノール 10ml に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩化鉄 (III)・塩酸試液 1~2 滴を加えるとき、液の色は帯緑黒色に変わる。

(2) 本品 5mg をエタノール 5ml に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩酸 2ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき、液の色は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 0.01g をメタノール 1,000ml に溶かした液は、波長 257nm 付近及び波長 354nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

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

(3) ヒ素 As_2O_3 として $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第 3 法, 装置 B)

(4) メタノール $50 \mu\text{g/g}$ 以下

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験(4)の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約 5g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100ml を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。メスフラスコ E に内標準溶液 2ml を正確に量って入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2~3ml の留出速度で留分が約 45ml になるまで蒸留する。この留分に水を加えて 50ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノールの水溶液 (1→1,000) とする。別にメタノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、この液 5ml を正確に量り、水を加えて 100ml とする。この液 2ml 及び内標準溶液 4ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $2.0 \mu\text{l}$ 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500 \quad (\mu\text{g/g})$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系
多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

水分 8.0%以下 (0.2g, 直接滴定)

定量法 本品及び定量用ミリシトリン約 0.05g を精密に量り, それぞれメタノールに溶かして正確に 100ml とする。それぞれの液 5ml を正確に量り, 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし, 検液及び標準液とする。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。検液及び標準液のミリシトリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式によりミリシトリン含量を求める。なお, 定量用ミリシトリンは, 別に直接滴定法により水分を測定する。

ミリシトリン ($\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}$) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用ミリシトリンの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5~10 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 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ミリシトリンの保持時間が 8~12 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用ミリシトリン ミリシトリン, 定量用を見よ。

ミリシトリン, 定量用 $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

性状 本品は, 淡灰黄~淡黄色の粉末で, ほとんどにおいが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 1,660 cm^{-1} , 1,605 cm^{-1} , 1,345 cm^{-1} , 1,200 cm^{-1} 及び 970 cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (354nm 付近の極大吸収部) = 340 以上

減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した本品約 0.05g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100ml とし、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品 0.05g をメタノール 25ml に溶かす。この液 5ml を正確に量り、水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に検液 1ml を正確に量り、メタノール 5ml を加えた後、水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

「ヤマモモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 ホウ酸 12.36g 及び水酸化ナトリウム 4.00g を量り、合わせ、水を加えて溶かして 1,000ml とする。

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 180~250 μ m のスチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂
Gaskuropack 54 60/80 メッシュ Cat. No. 1002-45406 がある。

液体クロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 5~10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3
250×4.6mmI.D. Cat. No. 5020-01732 がある。

ユッカフォーム抽出物

Yucca Foam Extract

ユッカ抽出物

定義 本品は、ユッカ・ブレビフォリア (*Yucca brevifolia* Engelmann) 又はユッカ・シジゲラ (*Yucca schidigera* Roetzl ex Ortgies) の全草から得られた、サポニンを主成分とするものである。

含量 本品を無水物換算したものは、ユッカサポニン3.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～褐色の粉末又は褐色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 無水物換算して0.6gに対応する量の本品を量り、メタノール/水混液(9:1)10mlを加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 μ lを量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール/水/酢酸混液(40:16:8:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°Cで10分間加熱した後、観察するとき、Rf値0.4～0.6付近に黄緑～青緑色のスポットが4個以上検出される。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

(2) 定量法で得られたA液3mlを量り、その溶媒を留去し、酢酸エチル0.1mlに溶かして、検液とする。別に定量法で得られたB液を対照液とする。検液及び対照液の2 μ lずつを量り、ヘキサン/酢酸エチル混液(2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°Cで10分間加熱した後、観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た黄緑～青緑色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 液性 pH3.5～5.0 (無水物換算1.0g, 水100ml)

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (無水物換算1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (無水物換算1.0g, 第3法, 装置B)

水分 液体試料 60%以下 (0.1g, 直接滴定)

粉末試料 8.0%以下 (0.1g, 直接滴定)

強熱残分 5.0%以下 (無水物換算2g)

定量法 無水物換算して約0.2gに対応する量の本品を精密に量り、水5mlに溶かし、あらかじめスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂20mlを充てんした内径15mmのガラス管に注ぐ。水100ml, 水/メタノール混液(3:2)100mlの順に毎分2ml以内の流量で洗浄した後、メタノール/水混液(9:1)100mlで溶出する。溶出液の溶媒を留去後、残留物をエタノールに溶かして正確に20mlとする。この液10mlを正確に量り、2mol/L塩酸10mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後ジエチルエーテル80mlで2回抽出し、ジエチルエーテル層を合わせて水20mlで洗浄した後、無水硫酸ナトリウム20gを加えて脱水後、ジエチルエーテルを留去する。残留物を酢酸エチルに溶かして正確に50mlとし、A液とする。A液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に10mlとして、検液とする。別に無水物換算して約5mgに対応する量の定量用サルササポゲニンを精密に量り、酢酸エチルに溶かして正確に5mlとし、B液とする。B液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に200mlとして、標準液とする。空試験液は酢酸エチルとする。検液、標準液及び空試験液をそれぞれ2mlずつ正確に量り、それぞれに0.5%*p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液及び硫酸/酢酸エチル混液(1:1)1mlずつを正確に加え、60°C

の水浴中で正確に10分間緩やかに振り混ぜる。室温の水浴中で正確に10分間冷却後、直ちに酢酸エチルを対照液として430nmにおける吸光度を測定する。検液、標準液及び空試験液の吸光度 A_T 、 A_S 及び A_O を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ユッカサポニンの含量} = \frac{\text{サルササポゲニンの採取量(g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T - A_O}{A_S - A_O} \times 2.10 \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用サルササポゲニン サルササポゲニン，定量用を見よ。

サルササポゲニン，定量用 $C_{27}H_{44}O_3$

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品5mgを量り、酢酸エチル5mlに溶かす。この液2 μ lにつき、ヘキサン／酢酸エチル混液（2：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察するとき、R_f値0.55付近に黄緑～青緑色の主スポットを認める。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 類縁物質 本品0.10gを酢酸エチルに溶かし正確に10mlとし、検液とする。この液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に50mlとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ5 μ lずつ量り、確認試験に準じて薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液から得た主スポット以外のスポットは、比較液から得たスポットより濃くない。

水分 8.0%以下（0.1g，直接滴定）

0.5% *p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液

4-メトキシベンズアルデヒド0.5mlと酢酸エチル99.5mlを混合して調製する。

ユッカフォーム抽出物用薄層板

薄層板，ユッカフォーム抽出物用を見よ。

薄層板，ユッカフォーム抽出物用

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径5～7 μ m）をプレコートした10cm×10cmの薄層板。

〈参考情報〉

計算式の係数

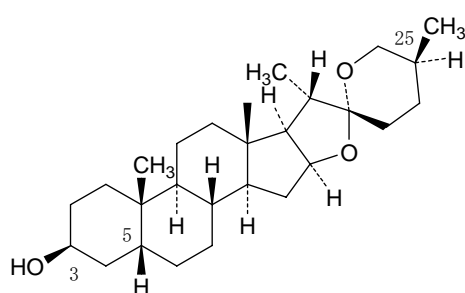
$$2.10 = \frac{\text{ユッカサポニンのうち、次の化合物の分子量 (873.03)}}{\text{サルササポゲニンの分子量 (416.64)}}$$

ユッカサポニン含量は、含有サポニンのうち主成分のひとつとされる (25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside (C₄₄H₇₂O₁₇ = 873.03) として、量を算出している。

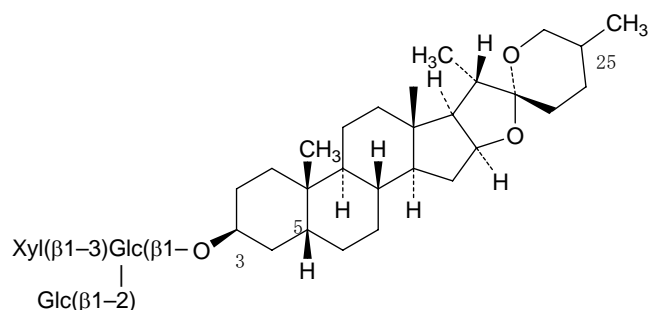
サルササポゲニン (Sarsasapogenin)

化学名は (25*S*)-5β-spirostan-3β-ol

分子式、分子量は C₂₇H₄₄O₃: 416.64



Sarsasapogenin



(25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside

サルササポゲニン

シグマ社製 Sarsasapogenin (製品コード S8534) 純度 MIN. 98%がある。

スチレンージビニルベンゼン系吸着用樹脂

ダイヤイオンHP-20 (三菱化学 (株) 製) がある。

ユッカフォーム抽出物用薄層板

Merck 社製 Silica Gel60 HPTLC プレート 10cm×10cm がある。

ラカンカ抽出物

Luohanguo Extract

ラカンカエキス

定義 本品は、ラカンカ (*Siraitia grosvenorii* C. Jeffrey ex A. M. Lu & Zhi Y. Zhang (*Momordica grosvenori* Swingle)) の果実から得られた、モグロシド類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、モグロシドV ($C_{60}H_{102}O_{29}$ = 1,287.43) 20%以上を含む。

性状 本品は、淡黄～淡褐色の粉末で、味は甘い。

確認試験 (1) 本品を乾燥し、その5～10mgに、無水酢酸2mlを加え、2分間加温した後、硫酸0.5mlを静かに加えるとき、接界面は赤褐色を呈する。

(2) 本品0.05～0.1gを量り、70vol%メタノール1～3mlに懸濁し、検液とする。別に定量用モグロシドV 5～10mgを70vol%メタノール1～3mlに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ2μlずつ量り、メタノール/酢酸ブチル/水混液(15:15:4)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、硫酸(1→10)を均等に噴霧し、105℃で10分間加熱した後、観察するとき、検液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、対照液から得た暗紫色のスポット(モグロシドV)と色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして10μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液1.0ml)。

(2) ヒ素 As₂O₃として1.0μg/g以下(2.0g, 第1法, 装置B)。

乾燥減量 6.0%以下(105℃, 2時間)

強熱残分 2.0%以下

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、70vol%メタノールに懸濁して正確に100mlとした後、メンブランフィルター(孔径0.45μm)でろ過し、検液とする。別に定量用モグロシドVを乾燥し、その約5mgを精密に量り、70vol%メタノールに溶かして正確に10mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μl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。検液及び標準液のモグロシドVのピーク面積A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

$$\text{モグロシドV (C}_{60}\text{H}_{102}\text{O}_{29}) \text{の含量} = \frac{\text{定量用モグロシドVの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 10 \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 203nm)

カラム充てん剤 5μmの液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

カラム管 内径4～6mm, 長さ25～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリル/水混液(74:26)

流量 モグロシドVの保持時間が15～20分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用モグロシドV

モグロシドV，定量用を見よ。

モグロシドV，定量用 $C_{60}H_{102}O_{29}$

性 状 本品は，白～淡黄色の粉末で，味は甘い。

確認試験 本品を105℃で2時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき， $3,430\text{cm}^{-1}$ ， $2,930\text{cm}^{-1}$ ， $1,634\text{cm}^{-1}$ ， $1,383\text{cm}^{-1}$ ， $1,170\text{cm}^{-1}$ ， $1,075\text{cm}^{-1}$ 及び $1,038\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品5mgをアセトニトリル／水混液（74：26）1mlに溶かし，検液とする。この液0.5mlを正確に量り，アセトニトリル／水混液（74：26）を加えて正確に10mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ5 μ lずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

アミノ化ポリビニルアルコール，液体クロマトグラフィー用を見よ。

アミノ化ポリビニルアルコールゲル，液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用に製造したもの

〈参考情報〉

カラム充てん剤

Shodex Asahipak NH2P-50がある。

ラック色素

Lac Color

ラッカイン酸

定義 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 1,000 以上で、その表示量の 95~115%を含む。

性 状 本品は、赤~暗赤色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.05g に相当する量を取り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 500ml に溶かした液は、帯紫赤色を呈する。

(2) (1)の溶液 10ml を量り、0.1mol/L 塩酸 20ml を加えるとき、液の色は、だいたい色に変わり、波長 485~495nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml に溶かした液を遠心分離し、その上澄液を検液とする。検液 2 μ l を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 10cm に上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値 0.4 付近に帯黄赤~赤色のスポットを認める。Rf 値 0.2 付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットの色は、アンモニア水により暗赤紫色に変わる。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 測定する吸光度が 0.3~0.7 の範囲になるように、本品を精密に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→200) 20ml に溶かした後、水を加えて正確に 100ml とする。この溶液 5ml を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて正確に 50ml とし、必要があれば遠心分離してその上澄液を用い、検液とする。色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

対照液 0.1mol/L 塩酸

測定波長 波長 485~495nm の極大吸収部

ラノリン

Lanolin

羊毛ロウ

定義 本品は、ヒツジの毛に付着するろう様物質から得られた、高級アルコールと α -ヒドロキシ酸のエステルを主成分とするものである。

性状 本品は、淡黄～微黄褐色の粘性のあるペースト状の物質で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品のシクロヘキサン溶液（1→50）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。

純度試験 (1) 融点 37～44℃（融点測定法，第2種物質）

(2) 酸価 1.0以下

本品約5 gを精密に量り，エタノール／キシレン混液（1：1）80mlを加えて溶かし，検液とする。

以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし，滴定は温時に行う。

(3) ヨウ素価 18～36

本品約0.8gを500ml共栓付きフラスコに精密に量り，シクロヘキサン10ml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。

(4) 重金属 Pbとして $20 \mu\text{g/g}$ 以下（1.0g，第2法，比較液 鉛標準液2.0ml）

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下（0.50g，第3法，装置B）

強熱残分 0.10%以下

ラムザンガム

Rhamsan Gum

ラムザン多糖類

定義 本品は、スフィンゴモナス属菌 (*Sphingomonas* sp.) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、類白～類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.3g を水 100ml に激しくかき混ぜながら徐々に加えるとき、粘稠な液となる。次いで、この溶液を 80℃まで加熱するとき、液の粘稠の程度はほとんど変わらない。

(2) (1) の 80℃まで加熱した液にカロブベーンガム 0.3g を激しくかき混ぜながら徐々に加え、更に 10 分間かき混ぜた後、約 10℃まで冷却するとき、この液はゲル化しない。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

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

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) 総窒素 5.0% 以下 (乾燥物換算)

本品約 1g を精密に量り、窒素定量中のケルダール法により試験を行う。

(5) 2-プロパノール 0.10% 以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 (9) の試験法を準用する。ただし、メタノールに関する試験は行わない。

乾燥減量 15.0% 以下 (105℃, 2.5 時間)

灰分 16.0% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度

微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。また大腸菌は認めない。ただし、大腸菌の場合、本品 1g を量り、試料を調製する。

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム (純度試験(5))

ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54 がある。

卵殻焼成カルシウム

Calcinated Eggshell Calcium

定義 本品は、焼成カルシウムのうち、卵殻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 ($\text{CaO}=56.08$) として 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白～灰白色の粉末である。

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

(2) 本品 1g に水 20ml 及び酢酸 (1→3) 10ml を加えて溶かした後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0g 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、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過し、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よく洗った後、ろ紙と共に強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品 2.0g 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) 重金属 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0g を量り、塩酸 (1→4) 20ml を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 40ml を加えて溶かし、必要があればろ過し、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.50g を量り、塩酸 (1→4) 5ml を加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 10.0%以下 (900°C, 30分間)

定量法 本品を強熱し、その約 1.5g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 250ml 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。

0.05mol/L EDTA 溶液 1ml = 2.804mg CaO

リゾチーム

Lysozyme

卵白リゾチーム

定義 本品は、卵白より、アルカリ性水溶液及び食塩水で処理し、樹脂精製して得られたもの、又は樹脂処理若しくは加塩処理した後、カラム精製若しくは再結晶により得られたもので、細菌の細胞壁物質を溶解する酵素である。

酵素活性 本品を乾燥したものは、1mg当り0.9mg（力価）以上の酵素活性を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においはない。

確認試験 本品を酢酸緩衝液（pH5.4）に溶かした液（1→10,000）は、波長279～281nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 本品の水溶液（1→100）5mlに必要な希塩酸を加えてpH3.0に調整するとき、波長660nmでの透過率は80.0%以上である。

(2) 液性 pH5.0以上（3.0g, 水200ml）

(3) 塩化物 塩素 Clとして4.5%以下

本品約0.5gを精密に量り、水50mlを加えて溶かす。この液に10%クロム酸カリウム溶液0.1mlを加え、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点は、液の色が淡赤褐色を呈するときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液1ml=3.545mg Cl

(4) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下（2.0g, 第1法）

(5) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下（0.50g, 第3法, 装置B）

乾燥減量 6.0%以下（1.0g, 減圧, 2時間）

酵素活性測定法

(1) 検液

乾燥した本品約50mg（力価）に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとし、更にこの液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に50mlとする。

(2) 標準液

リゾチーム標準品約0.1gをデシケーター中、減圧下で約2時間乾燥した後、約50mg（力価）に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとし、更にこの液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に50mlとする。

(3) 操作法

リゾチーム用基質試液3mlずつを正確に量り、3本の試験管に入れ、35℃で3分間加温する。別に検液、標準液及びリン酸緩衝液（pH6.2）を35℃で3分間加温し、その3mlずつを正確に量り、それぞれをリゾチーム用基質試液を入れた試験管に加え、35℃で10±0.1分間反応した後、直ちに水を対照として波長640nmでそれぞれの吸光度A_T、A_S及びA₀を測定する。試験を3回繰返し、その平均値から次式により酵素活性を計算する。

$$\begin{aligned} & \text{乾燥した本品中の酵素活性 [mg (力価) /mg]} \\ &= \frac{\text{乾燥した標準品の採取量 [mg (力価)]}}{\text{乾燥した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_0 - A_T}{A_0 - A_S} \end{aligned}$$

<試薬・試液>

リゾチーム標準品

リゾチーム日本薬局方標準品を用いる。

リゾチーム用基質試液

Micrococcus luteus の乾燥菌体適量にリン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて均一に懸濁させた後、波長640nmにおける透過率が10%になるように調整する。用時調製する。

リン酸塩緩衝液 (pH6.2)

第1液：リン酸一カリウム9.08gに水を加えて溶かし、1,000mlとする。

第2液：無水リン酸二ナトリウム9.46gに水を加えて溶かし、1,000mlとする。

第1液800mlと第2液200mlとを混和し、必要ならば、更にいずれかの液を加えてpH6.2に調整する。

<参考情報>

Micrococcus luteus の乾燥菌体

生化学工業社製 *Micrococcus luteus* (Code No. 450971) がある。

D-リボース

D-Ribose

C₅H₁₀O₅

分子量 150.13

D-Ribofuranose [50-69-1]

定 義 本品は、グラム陽性細菌 (*Bacillus pumilus*又は*Bacillus subtilis*) によるD-グルコースの発酵培養液より、分離して得られたものである。成分はD-リボースである。成分はD-リボースである。

含 量 本品を無水物換算したものは、D-リボース (C₅H₁₀O₅) 90.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 2~3滴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。

(2) 本品の水溶液 (1→50) は、左旋性である。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10μg/g以下 (1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

(4) 他の糖類 定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のD-リボースの保持時間の2倍までに現れる、D-リボース以外のピークの合計面積は、全ピークの合計面積の10.0%以下である。

水 分 5.0%以下 (1g, 直接滴定)

強熱残分 1.0%以下

定 量 法 本品約1g及び定量用D-リボース約1gを精密に量り、それぞれに水を加えて溶かし、正確に50mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10μl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。検液及び標準液のD-リボースのピーク面積A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

D-リボース (C₅H₁₀O₅) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用}\underline{\text{D}}\text{-リボースの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 約6μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径8mm, 長さ25~35cmのステンレス管

カラム温度 80℃

移動相 水

流量 D-リボースの保持時間が約14分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用D-リボース

D-リボース，定量用を見よ。

D-リボース，定量用 $C_5H_{10}O_5$

性状 本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→20）2～3滴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。

純度試験(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -18 \sim -22^\circ$

本品約1gを精密に量り，アンモニア試液0.2ml及び水を加えて溶かし，正確に50mlとする。この液について旋光度を測定し，更に無水物換算を行う。

(2)類縁物質 本品0.5gを水25mlに溶かし，検液とする。検液1mlを正確に量り，水を加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分 1.0%以下（1g，直接滴定）

〈参考情報〉

カラム充てん剤

Shodex SUGAR SC1011がある。

ルチン酵素分解物

Enzymatically Decomposed Rutin

定 義 本品は、ルチン（抽出物）（アズキ（*Vigna angularis* Ohwi et H. Ohashi）の全草，エンジュ（*Sophora japonica* Linné）のつぼみ若しくは花又はソバ（*Fagopyrum esculentum* Moench）の全草から得られた，ルチンを主成分とするものをいう。）を酵素処理した後，精製して得られたものである。主成分はイソクエルシトリンである。

含 量 本品を乾燥したものは，イソクエルシトリン（ $C_{21}H_{20}O_{12}=464.38$ ）91.0～103.0%を含む。

性 状 本品は，淡黄～黄色の粉末，塊又はペースト状で，わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 mg をエタノール 10ml に溶かした液は，黄色を呈し，塩化鉄（Ⅲ）溶液（1→50）1～2滴を加えるとき，液は帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 5 mg をエタノール 5 ml に溶かした液は，黄色を呈し，塩酸 2 ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき，液は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 0.01g をエタノール 500ml に溶かした液は，波長 258nm 付近及び波長 362nm 付近に極大吸収部がある。

(4) 本品 1.0g をメタノール 20ml に溶かし，必要があればろ過し，検液とする。検液 2 μ l を量り，定量用ルチンのメタノール溶液（1→20）2 μ l を対照液とし，1-ブタノール/酢酸/水混液（4：2：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約 15 cm の高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，塩化鉄（Ⅲ）・塩酸試液を噴霧し，観察するとき，定量用ルチンの主スポットよりも大きい Rf 値を示す褐色の主スポットを認める。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下（1.0g，第 2 法，比較液 鉛標準液 2.0ml）

(2) 鉛 5.0 μ g/g 以下（2.0g，第 1 法）

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下（0.50g，第 3 法，装置 B）

乾燥減量 50.0%以下（135℃，2 時間）

定 量 法 本品を乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。必要があればろ過する。この液 4 ml を正確に量り，リン酸溶液（1→1,000）を加えて正確に 100ml とし，検液とする。別に定量用ルチンを 135℃，2 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液 4 ml を正確に量り，リン酸溶液（1→1,000）を加えて正確に 100ml とし，標準液とする。検液及び標準液につき，紫外可視吸光度測定法により，リン酸溶液（1→1,000）を対照として，波長 351nm における吸光度 A_T及び A_Sを測定し，次式により含量を求める。

イソクエルシトリン（ $C_{21}H_{20}O_{12}$ ）の含量

$$= \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)} \times 0.761}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

ルチン，定量用 $C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

性状 本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき， $1,655\text{cm}^{-1}$ ， $1,605\text{cm}^{-1}$ ， $1,505\text{cm}^{-1}$ ， $1,360\text{cm}^{-1}$ ， $1,300\text{cm}^{-1}$ ， $1,200\text{cm}^{-1}$ 及び 810cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (350nm 付近の極大吸収部) = 290 以上

本品を 135°C ，2 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100ml とし，紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約 0.05g をメタノール 25ml に溶かす。この液 5ml を正確に量り，水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし，検液とする。別に検液 1ml を正確に量り，メタノール 5ml を加えた後，水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50ml とし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ $20\mu\text{l}$ ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 $5\sim 10\mu\text{m}$ 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 $3\sim 6\text{mm}$ ，長さ $15\sim 25\text{cm}$ のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水／アセトニトリル／リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が $8\sim 12$ 分になるように調整する。

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 $5\sim 10\mu\text{m}$ のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3 $250\times 4.6\text{mmI. D.}$ Cat. No. 5020-01732 がある。