

平成31年3月25日
令和元年9月10日改訂

第10版食品添加物公定書作成検討会
座長 佐藤 恭子

第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）報告について

第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）において審議を行った結果を別添の通りとりまとめたので、これを報告する。

第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）報告書

平成31年 3月
令和元年 9月改訂

第10版食品添加物公定書作成検討会

第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）

1. 開催年月日 平成31年1月15日

2. 第10版食品添加物公定書作成検討会委員
(50音順、○は座長)

天倉 吉章	松山大学 薬学部 教授
石井 里枝	埼玉県衛生研究所 副所長兼食品微生物検査室長
内山 奈穂子	国立医薬品食品衛生研究所生薬部第二室長
笠原 陽子	日本香料工業会食品香料委員会 技術専門委員会 副委員長
工藤 由起子	国立医薬品食品衛生研究所 衛生微生物部 部長
小西 典子	東京都健康安全研究センター 微生物部 食品微生物研究科 主任研究員
小林 千種	東京都健康安全研究センター 食品化学部 食品添加物研究科 食品添加物研究科長
○佐藤 恭子	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 部長
杉本 直樹	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第二室長
関戸 晴子	神奈川県衛生研究所 理化学部 主任研究員
高橋 仁一	日本食品添加物協会 顧問
多田 敦子	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第一室長
中村 公亮	国立医薬品食品衛生研究所 生化学部 第二室長
原 俊太郎	昭和大学 薬学部 教授
樋口 彰	日本食品添加物協会 常務理事
堀江 正一	大妻女子大学 家政学部 教授
彌勒地 義治	日本香料工業会食品香料委員会 技術専門委員会 委員長
六鹿 元雄	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第三室長
森本 隆司	日本食品添加物協会 技術委員
山崎 壮	実践女子大学 生活科学部 教授

3. 検討結果

(1) 既存添加物9品目の成分規格の提案

以下の添加物につき、成分規格案が決定された。

【新規収載品目】

没食子酸

規格設定の根拠

①定義

植物タンニンの成分規格の定義に合わせて設定した。

②含量

製品の実態に合わせて設定した。なお、裏付けデータの1ロットに103.2%のデータが認められ、過去にも103%を超えるものが2～3ロット認められたことから、規格上限を104.0%に設定した。

③性状

市場流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

フェノール性水酸基と鉄(Ⅲ)との反応を基に設定した。

⑤純度試験

- (1) 溶状は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (2) タンニン酸は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (3) 塩化物は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (4) 硫酸塩は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (5) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。
- (6) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑥乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑧定量法

液体クロマトグラフィーによる定量法を設定した。第三者検証試験においては、オクタデシルシリル化シリカゲルまたはトリアコンチルシリル化シリカゲルを充填剤としたカラムを用いた結果、いずれも良好な分析値を示したことからより一般的なオクタデシルシリル化シリカゲルを充填剤として設定した。

[特記事項]

「定量用没食子酸一水和物(没食子酸一水和物、定量用)を新たに設定するが、規格は試薬の項に既記載の没食子酸一水和物の規格を用いることとする。既記載の没食子酸一水和物は「植物タンニン」の確認試験においてTLCスポット確認用、定量法においてHPLC保持時間確認用に用いられており、その含量は98.0～103.0%に規定されており、没食子酸一水和物は定量用標品として十分な純度を持つ。この変更に伴い、「没食子酸一水和物」の規格を、「**没食子酸一水和物** 【没食子酸】 没食子酸一水和物、定量用を見よ。」に修正することとする。

成分規格案

別紙1

ジャマイカカссия抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストをもとに設定した。

②含量

製品の実態に合わせて、クアシンとネオクアシンの合計量として50%以上と設定した。これは市場品に関する裏付けデータのクアシンとネオクアシンの合計量が54.0%～56.7%であったことに基づく。

③性状

市場流通している原体の性状を調査し設定した。

④確認試験

液体クロマトグラフィーによる主成分の確認試験を設定した。

⑤純度試験

(1) 鉛は、公定書の一般的な規格値に合わせて設定した。

(2) ヒ素は、公定書の一般的な規格の1/2の限度を設定した。

⑥定量法

「西崎雄三、多田敦子、石附京子、伊藤裕才、小野田絢、杉本直樹、穂山浩. モル吸光係数比を利用したジャマイカカシア抽出物中のクアシン及びネオクアシンの新規定量法の開発. 食品衛生学雑誌56巻5号」に基づく液体クロマトグラフィーを設定した。

[参考事項]

クアシン混合物は、『クアシン試薬』（ナカライテスク（株）製、Quassin (Mixture of Quassin, Isoquassin and Neoquassin, 2.5mg Q509400, 38,000円)、(ChromaDex Inc. 製, Cat. no. ASB-00017010-010)、(VWR製, Cat. No. MFCD00016884)又は同等品が使用できる。なお、本品についてLC/MSにより同定されたものは市販されていないため、流通品に相当する規格とした。

カラムはナカライテスク（株）製Cosmosil 5C18-MSII (4.6mm I.D. ×150mm, 粒子径5µm) 又は同等品が使用できる。

定量用4-ヒドロキシ安息香酸は、東京化成工業（株）製『4-Hydroxybenzoic Acid、製品コードH-0207』又は同等品が使用できる。なお、本品についてqNMRにより純度規定されたものは市販されておらず、純度規定品については今後開発予定である。

成分規格案

別紙2

ヒアルロン酸

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストをもとに設定した。なお、基原微生物*Streptococcus equi*については、医薬部外品原料規格にも収載されていることから、追加設定した。

②含量

製品の実態に合わせて、窒素3.0%～4.0%及びグルクロン酸44%～54%と設定した。これは市場品に関する裏付けデータの窒素が3.0%～3.2%、グルクロン酸が46.3%～48.1%であったことに基づく。

③性状

製品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウム(2)(定義：本品は、乳酸球菌*Streptococcus zooepidemicus*又は*Streptococcus equi*を用いる発酵法により得られるヒアルロン酸のナトリウム塩である。)に準じて設定した。

⑤純度試験

- (1) 鉛は、公定書の一般的な規格値に合わせて設定した。
- (2) ヒ素は、公定書の一般的な規格値に合わせて設定した。
- (3) 他の酸性ムコ多糖は、医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウム(2)に合わせて設定した。ヒアルロン酸(鶏)については、鶏由来が明らかな製品では本試験が必要ないため除外した(書式はショ糖脂肪酸エステルに合せた)。
- (4) 溶血性は、医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウム(2)に合わせて設定した。ヒアルロン酸(鶏)については除外した。(書式はショ糖脂肪酸エステルに合せた。)(3)と同じ理由)。
- (5) 溶血性連鎖球菌は、医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウム(2)に合わせて設定した。ヒアルロン酸(鶏)については除外した(3)と同じ理由)。

⑥乾燥減量

製品の実態に合わせて設定した。

⑦強熱残分

製品の実態に合わせて設定した。

⑧定量法

- (1) 窒素は、医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウムに合わせて設定した。
- (2) グルクロン酸は、医薬部外品原料規格のヒアルロン酸ナトリウムに合わせて設定した。

⑨微生物限度

次の理由により、微生物限度規格は、設定しなかった。

- ・ 医薬部外品原料規格に微生物限度の規格がない。
- ・ 製造工程において、殺菌を兼ねたエタノール処理が行われている。
- ・ 微生物基原のものは、溶血性連鎖球菌を陰性にする必要があり、溶血性連鎖球菌を陰性にするための除菌工程で微生物汚染の恐れは解消されている。

[参考事項]

塩化セチルピリジニウム一水和物は、ナカライテスク(株) 塩化ヘキサデシルピリジニウム一水和物(ナカライ規格一級)又は同等品が使用できる。

血液浮遊液(1%)の調製に用いる馬の脱繊維した血液(馬脱繊維血)は、株式会社日本生物材料センター 馬脱繊維血又は同等品が使用できる。(第十七改正日本薬局方、試薬・試液、「1%血液浮遊液」と同等)。

血液寒天培地は、日本ベクトン・ディッキンソン株式会社 トリプチケースソイ5%ヒツジ血液寒天培地又は同等品が使用できる。(第十七改正日本薬局方、試薬・試液、「血液カンテン培地」と同等)。

<https://www.bdj.co.jp/micro/products/1f3pro00000rxca8.html>

成分規格案

別紙3

グルコサミン

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストをもとに設定した。

なお、次の理由により、記載内容の一部変更を行った。

- ・弱アルカリ性水溶液だけでなく、強アルカリ性水溶液を使用している場合も多い。
- ・酸性水溶液とアルカリ性水溶液の使用順番が逆のケースも多々ある。
- ・糸状菌によるものは、エビ・カニ由来のアレルギー物質を含まず有用性が高い。
- ・これらの製法によるものは、国内において広く流通している。
- ・糸状菌によるものは、輸入時に検疫所で既存添加物に該当することを確認している。

②含量

市場流通している原体中の含量より決定した。市場品の裏付けデータにおいてグルコサミン塩酸塩として99.8%~100.1%と報告されていることから、グルコサミン塩酸塩として98%以上と設定した。

③性状

市場流通している原体の性状を調査し決定した。

④確認試験(1)、(2)

主成分のグルコサミンの性質を利用し、確認試験とした。

⑤pH

市場流通している原体を基に設定した。

⑥純度試験

- (1)溶状は、市場流通している原体を基に設定した。
- (2)塩化物は、②の含量に基づくClの範囲を設定した。
- (3)鉛は、公定書の一般的な規格に準じて設定した。
- (4)ヒ素は、公定書の一般的な規格に準じて設定した。

⑦乾燥減量

市場流通している原体を基に設定した。

⑧強熱残分

市場流通している原体を基に設定した。

⑨微生物限度

グルコサミンの製造法（塩酸を用いて高温条件下で加水分解）からみて微生物による汚染は考えにくいと判断し、微生物限度規格を設定しなかった。

⑧定量法

液体クロマトグラフィーに基づく定量法を設定した。

[参考事項]

定量用グルコサミン塩酸塩は、富士フィルム和光純薬（株） 「D(+)-グルコサミン塩酸塩 含量99.0%以上」又は同等品が使用できる。

成分規格案

別紙4

ヒマワリ種子抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに設定した。また、デキストリン又は乳糖を含むことがあるため定義に記載した。

②含量

自主規格において高速液体クロマトグラフィーによりイソクロロゲン酸、クロロゲン酸、ネオクロロゲン酸及びカフェー酸の面積から計算されることになっていたが、今回、定義に準じクロロゲン酸の量とし、市場流通品の調査を実施し、「本品は、イソクロロゲン酸及びクロロゲン酸として0.4%以上を含む。」と設定した。これは市場品に関する裏付けデータのイソクロロゲン酸及びクロロゲン酸としての含量が0.5%~0.6%であったことに基づく。

③性状

市場流通している原体の性状を調査し設定した。

④確認試験

水酸化ナトリウム溶液との反応を基に設定した。

⑤純度試験

(1) 溶状は、液体品(水溶液)が流通していることから設定しなかった。

(2) 鉛は、公定書の一般的な規格に準じて設定した。

(3) ヒ素は、公定書の一般的な規格の1/2の限度を設定した。

⑥乾燥減量

液体品(水溶液)が流通していることから設定しなかった。

⑦強熱残分

市場流通している原体の強熱残分を調査し設定した。

⑧定量法

液体クロマトグラフィーによるイソクロロゲン酸及びクロロゲン酸の定量法を設定した。

[参考事項]

イソクロロゲン酸、定量用は、Santa Cruz Biotechnology 社『3,5-Dicaffeoylquinic acid』又は同等品が使用できる。

クロロゲン酸、定量用は、富士フイルム和光純薬(株)『(E)-クロロゲン酸』又は同等品が使用できる。

成分規格案

別紙5

酵素処理レシチン

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに設定した。なお、アブラナの学名については、「酵素分解レシチン」の記載に合せた。

②性状

市場流通している原体の性状を調査し設定した。

③確認試験(1)、(2)、(3)

主成分のホスファチジルグリセロールの性質を利用した確認試験とした。

④純度試験

(1)酸価は、市場流通している原体の実態に則して設定した。

(2)過酸化物価は、市場流通している原体の実態に則して設定した。なお、ジクロロメタンのクロロホルムに変えての使用可否については、①「レシチン」（4品目）及び「酵素分解レシチン」で使用されていること及び②酵素処理レシチンの種類及び不純物により溶解性が異なることにより検討を省略した。

(3)鉛は、公定書の一般的な規格値に合せて設定した。

(4)ヒ素は、公定書の一般的な規格値に合せて設定した。

⑤乾燥減量

市場流通している原体を基に設定した。

[参考事項]

ジステアロイルホスファチジルグリセロールナトリウムは、富士フィルム和光純薬(株) L- α -Phosphatidyl-DL-glycerol, Distearoyl, Sodium Salt (Code No. 167-15231 (生化学用)) 又は同等品が使用できる。

粉末モリブデンは、富士フィルム和光純薬(株) モリブデン、粉末、99.9% (Code No. 137-04802) 又は同等品が使用できる。

成分規格案

別紙6

ゲンチアナ抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに設定した。

②性状

市場流通している原体の性状を調査し決定した。

③確認試験

「塩化第二鉄試液及び水酸化ナトリウム試液との反応」及び「TLCによる確認」を設定した。

④純度試験

(1)鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。

(2)ヒ素は、公定書の一般的な規格値の1/2を設定した。

⑤乾燥減量

市場流通している原体の実態に基づき設定した。

⑥灰分

市場流通している原体の実態に基づき設定した。

[参考事項]

ゲンチオピクロシドは、富士フィルム和光純薬工業(株)「ゲンチオピクロシド局方生薬試験用(薄層クロマトグラフィー用)」(Cat No. 073-05031) 又は同等品が使用できる。規格案は局方参考。

アマロゲンチンは、富士フィルム和光純薬（株）（製造元：ChromaDex, Inc.）「アマロゲンチン」（Cat No. ASB-00001650-010）又は同等品が使用できる。規格案はsiyaku.com参考。

成分規格案

別紙7

塩水湖水低塩化ナトリウム液

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに設定した。

②含量

国内流通品の実態に合わせて設定した。マグネシウム6.0%～9.0%を含むと設定したが、これは市場品の裏付けデータが8.0%であったことに基づく。

③性状

国内流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、設定した。

⑤比重

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、設定から外した。

⑥純度試験

(1)遊離酸及び遊離アルカリは、「塩化カリウム」（主成分）に倣って、設定した。

(2)硫酸塩は、「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、国内流通品の実態に合わせて設定した。

(3)臭化物は、「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、国内流通品の国内流通品の実態に合わせて設定した。

(4)鉛は、「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、国内流通品の実態に合わせて設定した。

(5)ナトリウムは、「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、国内流通品の実態に合わせて設定した。

(6)ヒ素は、成分規格における一般的な規格値をもとに設定した。

⑦強熱残分

第4版既存添加物自主規格には強熱残分が規定されていたが、類似品目である「粗製海水塩化マグネシウム」の強熱残分が第9版食品添加物公定書において規定されていないことに倣い、設定しないこととした。

⑧定量法

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、設定した。

成分規格案

別紙8

コメヌカロウ

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに設定した。

②性状

市場流通している原体の性状を調査し設定した。

③確認試験

赤外吸収スペクトル測定法（臭化カリウムを用いた錠剤法）に基づく確認試験を設定した。

④融点

市場流通している原体の融点に基づき設定した。

⑤けん化価

市場流通している原体のけん化価に基づき設定した。

⑥ヨウ素価

市場流通している原体のヨウ素価に基づき設定した。

⑦純度試験

(1)酸価は、市場流通している原体の酸価に基づき設定した。

(2)鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。

(3)ヒ素は、公定書の一般的な規格値の1/2を設定した。

⑧強熱残分

市場流通している原体の強熱残分に基づき設定した。

成分規格案

別紙9

(2) 添加物等の成分規格改正の提案

以下の添加物及び試薬・試液につき、成分規格改正案が決定された。

【改正品目】

L-グルタミン酸カルシウム

改正項目

水分

規格設定の根拠

試料はメタノールに難溶である。よって、試料を溶解することが可能な水分測定用のメタノール／水分測定用ホルムアミドの混液（2：1）を使用するように改正する。

[参考事項]

水分測定用のメタノール／ホルムアミド混液（2：1）は林純薬工業（株）製 HAYASHI solvent FM-II (99034859) 又は同等品が使用可能である。http://www.hpc-j.co.jp/kf_cat/hayashi/

成分規格案

別紙10

ラカンカ抽出物

改正項目

性状

規格設定の根拠

市場流通品が、食品添加物性状規格に合致しないことがある。ラカンカ抽出物は、ラカンカ果実に含まれる甘味成分を抽出・精製して調製されるが、精製度が高くなるほど白色を呈し、性状としては白～淡褐色のラカンカ抽出物が得られる。したがって、性状の改定を要望する。なお、定量用モグロシドV（試薬）の色調規格も『白～淡黄色』になっている。

成分規格案

別紙11

プロピレングリコール脂肪酸エステル

改正項目

性状

規格設定の根拠

プロピレングリコール脂肪酸エステルは脂肪酸種により、性状が変化する。ラウリン酸及びそれ以下の脂肪酸鎖やオレイン酸のエステルでは、通常、流動性が高い液体となっている。実際に流通している製品の性状と整合させるため、改正を要望する。

成分規格案

別紙12

アスパルテーム

改正項目

- (1) 純度試験 (4) 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸
- (2) 純度試験 (5) 他の光学異性体

規格設定の根拠

(1) 2017年にアスパルテームのJECFA規格が改訂され (the 82nd JECFA (2016))、5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸 (DKP) の分析法はFood Chemicals Codexとほぼ同様の方法が採用されている。国際整合性の観点から、分析条件（カラムの粒子径及び長さ、カラム温度、移動相、流量）をJECFA規格に記載されている分析法に修正すべく、改正を要望する。なお、分離についても更によくなる。

(2) 光学異性体の現行の分析法は強酸性陽イオン交換樹脂を用いたアミノ酸アナライザー法であるが、すでに該当するカラム等の入手が困難になっており、代替法が求められていた。また、従来、JECFA規格においてもアミノ酸アナライザーを用いた現行の公定書と同様の分析法を採用していたが、2017年にアスパルテームのJECFA規格が0.04%以下から0.02%以下へ改訂され、今回提案するHPLCを用いた簡便かつ一般的な分析法が採用されている。

分析の実行性及び国際整合性の観点から、規格値及び分析法の改訂を提案する。

[参考文献]

① DKPの分析法に関する論文

日本食品化学学会誌, Vol. 22(3), 170-174(2015) Determination method of 2-(5-benzyl-3,6-dioxopiperazin-2-yl) acetic acid in aspartame using high performance liquid chromatography. K. Sato *et al.*

② その他の光学異性体の分析法に関する論文

PLoS One. 2016 Mar 25;11(3) Development of an HPLC Method with an ODS Column to Determine Low Levels of Aspartame Diastereomers in Aspartame. T. Ohtsuki *et al.*

成分規格案

別紙13

二酸化チタン

改正項目

- (1) 塩酸可溶物
- (2) 強熱減量

規格設定の根拠

(1) 二酸化チタン含量規格は第8版から第9版へ下記のように改正された。
第8版 本品を乾燥したものは、二酸化チタン (TiO_2) 99.0%以上を含む。

↓

第9版 本品を乾燥したものは、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を除き、二酸化チタン (TiO_2) 99.0%以上を含む。

これは酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素コーティング二酸化チタン (TiO_2) が考慮され、JECFA規格 (the 76th JECFA (2012)) と同様の含量規格に改正されたと考えられる。

しかしながら酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素は塩酸可溶性のため、塩酸可溶物となることから、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素コーティング二酸化チタン (TiO_2) の場合は、JECFA規格と同様、含まれる酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を考慮した規格に改正することを要望する。

(2) 二酸化チタン含量規格は第8版から第9版へ下記のように改正された。
第8版 本品を乾燥したものは、二酸化チタン (TiO_2) 99.0%以上を含む。

↓

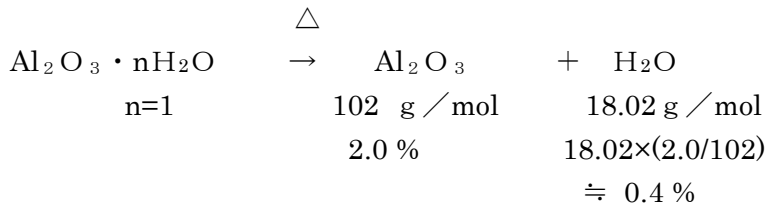
第9版 本品を乾燥したものは、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を除き、二酸化チタン (TiO_2) 99.0%以上を含む。

これは酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素コーティング二酸化チタン (TiO_2) が考慮され、JECFA規格と同様の含量規格に改正されたと考えられる。

一方、当該二酸化チタンにコーティングされている酸化アルミニウムに関しては、一部が無水酸化アルミニウム (Al_2O_3) ではなく、水和した酸化アルミニウム ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, n は1~4の範囲) の形態で存在していることが知られている。このために、上記強熱条件 (乾燥物、775~825°C) にて酸化アルミニウムコーティング二酸化チタンを強熱した場合、水和物の脱水反応が起こる。

仮に第9版食品添加物公定書で許容されている酸化アルミニウムを最大2.0%含有する二酸化チタン製品で、水和した酸化アルミニウムの水和量を $n=1$ とした場合、以下計算式に基づいて、強熱した場合には計算上約0.4%の水分が二酸化チタン (TiO_2) の持つ強熱減量に追加されることになる。よって強熱減量 0.50%以下のままでは、現在の規格に適合しない酸化チタン製品が発生する場合が考え

られる。



したがって、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素コーティング二酸化チタン (TiO₂) の場合は、JECFA規格と同様、含まれる酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を考慮した強熱減量の規格に改正することを要望する。

成分規格案

別紙14

キサントランガム

改正項目

灰分

規格設定の根拠

現行法では、灰化前に試料を105℃、4時間乾燥するよう規定されているが、この条件は、試料2～4gを均一に乾燥させるために設定されていると推測される。試料を直接灰化して得られた値を乾燥物換算する場合と、現行法で得られる値を比較したところ、同様の結果が得られた。また、JECFA規格 (the 82nd JECFA (2016)) の灰分規格ではNot more than 16% after dryingと記載されており、乾燥条件は、第9版の乾燥減量と同じ105℃、2.5時間である。以上より、試験操作を簡便にすることを目的に、JECFA規格と同じ乾燥条件 (105℃、2.5時間) での乾燥物換算とすることを要望する。

成分規格案

別紙15

アルギン酸

改正項目

定量法 (1) 装置及び(2) 操作法

規格設定の根拠

- (1) 装置 実際用いる装置に合わせて、図の説明を追記した。
- (2) 操作法 実際の操作に合わせて、追記及び改正を行った。

成分規格案

別紙16

過酢酸製剤

改正項目

定量法 (3) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

規格設定の根拠

規格基準相当まで定量可能にするため、検量線用標準液の調製濃度を10倍高くした。

成分規格案

別紙17

次亜臭素酸水

改正項目

確認試験 (2)

規格設定の根拠

「エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム」は第9版公定書では、「エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム」と改正されたが、その修正が反映されていなかったために、修正した。

成分規格案

別紙18

テルピネオール

改正項目

確認試験

規格設定の根拠

実態に即し、 3380 cm^{-1} は 3390 cm^{-1} に改正、 2835 cm^{-1} は α 体のショルダーの吸収であり明確でないため削除する。また、 1385 cm^{-1} は見当たらず誤植と考えられるため、削除する。

成分規格案

別紙19

試薬・試液

- (1) DPD・EDTA試液
- (2) MES緩衝液 (0.05 mol/L 、pH6.0、塩化ナトリウム含有)
- (3) アズキシストロビン、定量用
- (4) α -アミラーゼ用試料希釈液
- (5) 塩化亜鉛試液
- (6) 塩基性硝酸ビスマス
- (7) 6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム
- (8) クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05 mol/L 、pH5.0、システイン含有)
- (9) 酢酸緩衝液 (0.1 mol/L 、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 含有)
- (10) 酢酸緩衝液 (0.01 mol/L 、pH5.5、塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有)

- (11) ジイソプロピルエーテル
- (12) ジフェニルエーテル
- (13) スクロース
- (14) *n*-ドデシルベンゼンスルホン酸
- (15) 納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3)
- (16) ピリメタニル、定量用
- (17) ピロリン酸塩緩衝液 (pH9.0)
- (18) プロテアーゼ用基質溶液
- (19) プロテアーゼ用試料希釈液
- (20) ヘキサン (HPLC用)
- (21) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル
- (22) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液
- (23) 30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液 (新規)
- (24) 9w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液 (新規)
- (25) メタノール (HPLC用)
- (26) ヨードメタン、定量用
- (27) リン酸緩衝液 (エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有)
- (28) リン酸緩衝液 (エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有)
- (29) ワキシコーンスターチ (リントナー可溶化)

規格設定の根拠

- (1) 名称変更の反映。
- (2) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (3) 定量NMR法の記載に関する第十七改正日本薬局方 (JP17) との整合化。
- (4) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (5) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (6) JIS K 0067:1992 4.4.1(1)に基づく試薬規格を設定しており、9版公定書の一般試験法の強熱残分試験法に記載の温度 $600 \pm 50^{\circ}\text{C}$ と異なるため、記載が必要。
- (7) 6,6'-オキシビス (2-ナフタレン) スルホン酸二ナトリウム (DONS) は食用赤色40号 (R40) や食用黄色5号 (Y5) の反応中間体であるR40は第6版食品添加物公定書 (公定書) より、Y5は第7版公定書より、HPLCを用いた純度試験が設定され、試薬・試液の項においてDONSの試薬規格が設定されている。今般、公定書改正に伴い、DONSの規格試験を行った登録検査機関より、比吸光度が試薬規格(2020以上)に合致しないとの指摘を受けた。DONSについては、国内メーカーからの供給が困難であり、一方、JECFAのR40 (Allura Red AC) の規格 (the 82nd JECFA (2016)) では、Santa Cruz製DONSを用いて定量することとされていることから、海外との整合性の面から、海外製品も含め、比吸光度測定を行い、新たな規格値の設定を提案する。
- (8) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (9) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (10) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (11) 組成式の記載もれ。
- (12) 組成式の誤記改正。

- (13) スクロース規格として、JIS試薬のみを設定。
- (14) 市販試薬に合わせ、試薬規格の修正。赤外吸収スペクトルの測定では、9版公定書一般試験法に記載の方法では良好なスペクトルが得られず、JP17で既に記載のあるATR (減衰全反射)法を採用する。
- (15) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (16) 定量NMR法の記載に関する第十七改正日本薬局方 (JP17) との整合化。
- (17) 誤記の改正
- (18) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (19) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う変更。
- (20) 誤記の削除。
- (21) 酵素活性測定に使用可能な生化学用相当の試薬規格の設定。
- (22) ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルの試薬規格変更に伴う見直しで、試液として30w/v%の規格と9 w/v%の規格を設定することとなり、本項目は不要となる。
- (23) 市販の30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液に相当する規格を設定する。
- (24) 市販の30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液からさらに希釈された9 w/v%試液を用いる場合があるため規格を設定する。
- (25) 各波長での吸光度値の基準について、重複記載があり、誤記を削除。
- (26) JIS規格の試薬は用いられないため、JIS番号を削除。
- (27) 名称変更の反映。
- (28) 名称変更の反映。
- (29) 学名の記載方法に基づき改正。

成分規格案

別紙20

4. これまでの検討経緯

平成30年6月5日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第1回）

【新規収載品目】

- ・イソマルトデキストラナーゼ
- ・カキ色素

【改正品目】

- ・エンジュ抽出物
- ・*d1*- α -トコフェロール

平成30年9月10日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第2回）

【新規収載品目】

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

【改正品目】

- ・アセト酢酸エチル

平成31年1月9~23日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第2回） メール審議

【新規収載品目】

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

平成31年1月15日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）

【新規収載品目】

- ・没食子酸
- ・ジャマイカカシヤ抽出物
- ・ヒアルロン酸
- ・グルコサミン

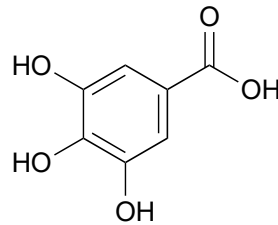
- ・ヒマワリ種子抽出物
- ・酵素処理レシチン
- ・ゲンチアナ抽出物
- ・塩水湖水低塩化ナトリウム液
- ・コメヌカロウ

【改正品目】

- ・グルタミン酸カルシウム
- ・ラカンカ抽出物
- ・プロピレングリコール脂肪酸エステル
- ・アスパルテーム
- ・二酸化チタン
- ・キサントガム
- ・アルギン酸
- ・過酢酸製剤
- ・次亜臭素酸水
- ・テルピネオール
- ・試薬・試液

別紙1 成分規格案

没食子酸
Gallic Acid



$C_7H_6O_5$

分子量 170.12

3,4,5-Trihydroxybenzoic acid [149-91-7]

定義 本品は、五倍子、タラ末又は没食子から得られたタンニンを、アルカリ又は酵素（タンナーゼ）により加水分解して得られた没食子酸を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、没食子酸（ $C_7H_6O_5$ ）97.0～104.0%を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の針状結晶又は結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品の水溶液（1→1000）5 mLに塩化鉄（Ⅲ）溶液（1→50）3滴を加えるとき、液は、暗青色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無～微黄色、ほとんど澄明

本品1.0 gを量り、水20 mLを加えて約10分間加熱し、検液とする。

(2) タンニン酸 本品1.0 gに水20 mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5 mLにゼラチン試液3滴を加えるとき、濁りを生じない。

(3) 塩化物 Clとして0.028%以下

本品1.50 gを量り、水75 mLを加え、約70℃に5分間加温した後、約20℃に冷却してろ過する。ろ液25 mLを量り、試料液とする。比較液には0.01 mol/L塩酸0.40 mLを用いる。

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.048%以下

塩化物のろ液25 mLを量り、試料液とする。比較液には0.005 mol/L硫酸0.5 mLを用いる。

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

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

乾燥減量 10%以下（105℃、2時間）

強熱残分 0.1%以下（4時間）

定量法 本品及び定量用没食子酸一水和物約20 mgずつを精密に量り、それぞれを水/メタノール混液（7：3）に溶かし、正確に100 mLとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ5 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。検液及び標準液の没食子酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{没食子酸}(C_7H_6O_5)\text{の含量}(\%) = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

ただし、 M_S ：乾燥物換算した定量用没食子酸一水和物の採取量(g)

M_T ：乾燥物換算した試料の採取量(g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 264nm)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 リン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L、pH5.8)

流量 没食子酸の保持時間が約4分になるように調整する。

【試薬・試液】

定量用没食子酸一水和物 没食子酸一水和物、定量用を見よ。

没食子酸一水和物、定量用 $C_7H_6O_5 \cdot H_2O$ [149-91-7]

含量 98.0~103.0%

性状 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液 (1→1000) 5mLに塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→50) 3滴を加えるととき、暗青色を示す。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0gを量り、水 20mLを加え、沸騰させ、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO_4 として0.02%以下

本品 1.0gに加温した水 45mLを加えて、かき混ぜながら氷冷した後、水で 50mLとする。この液をろ過し、初めのろ液 10mLを除いたろ液 25mLに塩酸 (2→3) 0.3mL、エタノール (95) 3mL及び塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 2mLを加えて 30分間放置したものを検液とする。別に、硫酸イオン標準原液 10mLを正確に量り、水を加えて正確に 100mLとし、標準液とする。標準液 10mLに塩酸 (2→3) 0.3mL、水 15mL、エタノール (95) 3mL及び塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 2mLを加えて 30分間放置したものを比較液とする。検液に生じる白濁は、比較液に生じるものより濃くない。

(3) タンニン酸 本品 1.0gに水 20mLを加えて振り混ぜ、ろ過した液に温めたゼラチン溶液 (1→100) 5~6滴を加えたとき、微濁する。

乾燥減量 8.0~11.0%以下 (1g、105°C、2時間)

強熱残分 0.1%以下 (1g)

本品 1gを白金製のろつぼに量り、硫酸 0.2mLを加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

定量法 本品約0.3gを精密に量り、エタノール (中和) 50mL及び水50mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認には、電位差計を用い、指示電極にはガラス電極を、参照電極には銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極には複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=18.813mg $C_6H_2(OH)_3COOH \cdot H_2O$

◎なお、定量用没食子酸一水和物の規格設定に伴い、食品添加物公定書既収載試薬「没食子酸一水和物」の規格を以下に変更する。

没食子酸一水和物 【没食子酸】 没食子酸一水和物、定量用を見よ。 ~~$C_7H_6O_5 \cdot H_2O$ [149-~~

~~91-7] 【没食子酸】~~

~~含量 98.0～103.0%~~

~~性状 本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。~~

~~確認試験 本品の水溶液（1→1000）5 mL に塩化鉄（III）六水和物溶液（1→50）3 滴を加えると
き、暗青色を示す。~~

~~純度試験 (1) 溶状 微濁~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、沸騰させ、検液とする。~~

~~(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.02% 以下~~

~~本品 1.0 g に加温した水 45 mL を加えて、かき混ぜながら氷冷した後、水で 50 mL とする。こ
の液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除いたろ液 25 mL に塩酸（2→3）0.3 mL、エタノール（95）
3 mL 及び塩化バリウム二水和物溶液（1→10）2 mL を加えて 30 分間放置したものを検液とす
る。別に、硫酸イオン標準原液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とす
る。標準液 10 mL に塩酸（2→3）0.3 mL、水 15 mL、エタノール（95）3 mL 及び塩化バリウム二
水和物溶液（1→10）2 mL を加えて 30 分間放置したものを比較液とする。検液に生じる白濁
は、比較液に生じるものより濃くない。~~

~~(3) タンニン酸 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液に温めたゼラチン溶液（1
→100）5～6 滴を加えたとき、微濁する。~~

~~乾燥減量 8.0～11.0% 以下（1 g、105℃、2 時間）~~

~~強熱残分 0.1% 以下（1 g）~~

~~本品 1 g を白金製のるつぼに量り、硫酸 0.2 mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバ
ーナで強く加熱して灰化後、残分を量る。~~

~~定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、エタノール（中和）50 mL 及び水 50 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化
ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認には、電位差計を用い、指示電極にはガラス電極を、参照
電極には銀—塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極には複合型のものを用いること
ができる。~~

~~0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.813 mg $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})_3\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$~~

ジャマイカカссия抽出物

Jamaica Quassia Extract

定義 本品は、ジャマイカカссия (*Picrasma excelsa* (Sw.) Planch) の幹枝又は樹皮から得られた、クアシン及びネオクアシンを主成分とするものである。糖類を含むことがある。

含量 本品は、クアシン ($C_{22}H_{28}O_6 = 388.45$) とネオクアシン ($C_{22}H_{30}O_6 = 390.47$) の合計量として50%以上を含む。

性状 本品は、微黄～淡褐色の粉末で、強い苦味がある。

確認試験 本品につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には標準液のクアシン及び二つのネオクアシンの異性体のピークと保持時間の一致するピークを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)
(2) ヒ素 Asとして $1.5\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置C)

本品を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) 10mLを加え、エタノール (95) に点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、450～550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) で潤し、再び加熱して、450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 3mLを加え、水浴上で加熱して溶かし、水を加えて正確に10mLとし、検液とする。別に、ヒ素標準液に塩酸 3mLを加え、水を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

定量法 本品約0.1gを精密に量り、少量のメタノールを加えて溶かし、更に水を加えて正確に20mLとし、試料液とする。別に定量用4-ヒドロキシ安息香酸約40mgを精密に量り、メタノールで正確に100mLとし、定量用内標準液とする。試料液1.0mL及び定量用内標準液1.0mLを混合し、水/メタノール/ギ酸 (650 : 350 : 1) を加えて正確に20mLとし、検液とする。別にクアシン混合物10mgを量り、メタノールを加えて溶かし、更に水/メタノール/ギ酸 (650 : 350 : 1) 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10 μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。このとき、標準液にはクアシン、二つのネオクアシンの異性体の順で主ピークが現れる。検液中の4-ヒドロキシ安息香酸、クアシン、ネオクアシンのピーク面積 A_{TH} 、 A_{TQ} 、 A_{TN} を測定し、以下の式によりクアシン、ネオクアシンの含量 (%) を求め得られた両化合物の含量から、クアシンとネオクアシンの合計量 (%) を求める。

クアシン ($C_{22}H_{28}O_6$) の含量 (%)

$$= \frac{C_{SH}}{C_T} \times \frac{A_{TQ}}{A_{TH}} \times \frac{MW_Q}{MW_H} \times \frac{1}{RMS_Q} \times P_H$$

ネオクアシン ($C_{22}H_{30}O_6$) の含量 (%)

$$= \frac{C_{SH}}{C_T} \times \frac{A_{TN}}{A_{TH}} \times \frac{MW_N}{MW_H} \times \frac{1}{RMS_N} \times P_H$$

ただし、 C_{SH} : 定量用内標準液の4-ヒドロキシ安息香酸の濃度 (w/v %)

C_T : 検液の試料の濃度 (w/v %)

MW_Q : クアシンの分子量 (388.45)

MW_H : 4-ヒドロキシ安息香酸の分子量 (138.12)

MW_N : ネオクアシンの分子量 (390.47)

RMS_Q : クアシンの4-ヒドロキシ安息香酸に対する相対モル感度 (0.84)

RMS_N : ネオクアシンの4-ヒドロキシ安息香酸に対する相対モル感度 (0.85)

P_H : 定量用4-ヒドロキシ安息香酸の純度 (%)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 255nm)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相A 水/ギ酸混液 (1000 : 1)

移動相B メタノール/ギ酸混液 (1000 : 1)

濃度勾配 A : B (65 : 35) から (20 : 80) までの直線濃度勾配を25分間行う。

流量 4-ヒドロキシ安息香酸の保持時間が約7分になるように調整する。

【試薬・試液】

クアシン混合物 [76-78-8、クアシン及びネオクアシンの混合物]

本品は、クアシン及び二つのネオクアシン立体異性体の混合物であり、白～微黄色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 10mg を量り、少量のメタノールを加えて溶かし、更に水/メタノール/ギ酸混液 (650 : 350 : 1) を加えて正確に 100mL とし、検液とする。検液 10 μ L につき、「ジャマイカカシヤ抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりクアシン及びネオクアシンのピークの合計量を求めるとき、50.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

定量用4-ヒドロキシ安息香酸 4-ヒドロキシ安息香酸、定量用を見よ。

4-ヒドロキシ安息香酸、定量用 C₇H₆O₃ [99-96-7]

本品は、白色の結晶性の粉末である。水に溶けにくく、メタノールに溶けやすい。

以下の定量法で求めた含量 (%) を本品の純度 (%) として用いる。

含量 98.0%以上

融点 214~219 $^{\circ}$ C

定量法 本品約 5 mg 及び 1, 4-B TMS B - d₄ 約 1 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセトン 1 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置を用いて ¹H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d₄ のシグナルを δ 0 ppm とし、 δ 6.65~6.68 ppm 及び δ 7.65~7.68 ppm 付近のシグナル面積強度をそれぞれ A₁ (水素数 2 に相当) 及び A₂ (水素数 2 に相当) とするとき、A₁/A₂ が 1.0 となることを確認する。1, 4-B TMS B - d₄ のシグナル面積強度を 18.000 としたときの A₁ 及び A₂ の和を I とし、水素数の和を N、1, 4-B TMS B - d₄ の純度を P (%) とし、次式により 4-ヒドロキシ安息香酸の含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナル面積強度及び水素数は定量に用いない。

4-ヒドロキシ安息香酸 (C₇H₆O₃) の含量 (%)

$$= \frac{1,4\text{-BTMSB-}d_4\text{の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 0.6098$$

操作条件

デジタル分解能 0.25以下

スピニング オフ

¹³C核デカップリング あり

取り込み時間 4秒以上

観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60秒以上

ダミースキャン 1回以上

積算回数 8回以上

測定温度 20~30°Cの一定温度

ヒアルロン酸
Hyaluronic Acid

定義 本品は、鶏冠より、水、アルカリ性水溶液若しくは酸性水溶液で抽出し、精製し、若しくは酵素処理した後精製して得られた、及び細菌 (*Streptococcus zooepidemicus*又は*Streptococcus equi*に限る。) の培養液を、除菌若しくは殺菌し、精製して得られた、ヒアルロン酸を主成分とするものであり、それぞれをヒアルロン酸 (鶏) 及びヒアルロン酸 (発酵) と称する。

含量 本品を乾燥したものは、窒素 (N=14.01) 3.0~4.0%及びグルクロン酸 ($C_6H_{10}O_6=194.14$) 44~54%を含む。

性状 本品は、白~淡褐色の粉末で、においがなく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→1000) 10mLに、塩化セチルピリジニウム一水和物溶液 (1→20) 2~3滴を加えるとき、白色の濁り又は白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10000) 1mLに硫酸6mLを加え、水浴上で10分間加熱し、冷後、カルバゾール・エタノール (95) 溶液 (1→800) 0.2mLを加えて放置するとき、液の色は、赤~赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

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

(3) 他の酸性ムコ多糖 (ヒアルロン酸 (鶏) の場合を除く。) 本品0.020gを量り、10%塩酸試液20mLを加えて水浴上で30分間加熱する。冷後、この液5.0mLを量り、検液とし、10w/v%塩化バリウム二水和物溶液1mLを加えて15分間放置するとき生じる白濁は次の比較液の白濁より濃くない。比較液には、10w/v%塩化バリウム二水和物溶液1mLの代わりに、水1mLを加えたものとし、以下検液と同様に操作した液を用いる。

(4) 溶血性 (ヒアルロン酸 (鶏) の場合を除く。) 本品0.40gを量り、滅菌した生理食塩水を加えて溶かして正確に100mLとする。この液0.5mLを量り、検液とする。別に、滅菌した生理食塩水0.5mLを量り、比較液とする。検液及び比較液にそれぞれ血液浮遊液 (1%) 0.5mLを加えて混和し、37°Cで2時間静置又は毎分3000回転で10分間遠心分離するとき、赤血球が沈殿し、上澄液は、澄明である。

(5) 溶血性連鎖球菌 (ヒアルロン酸 (鶏) の場合を除く。) 本品0.5gを滅菌した生理食塩液に溶かして、正確に100mLとする。この液0.5mLを量り、2枚の血液寒天培地上に各々コンラージ棒で塗抹し、37°Cで48時間培養するとき、溶血性コロニーを認めないか、又は認める場合であっても、光学顕微鏡を用いてそのコロニーを約400倍で鏡検するとき、連鎖球菌を認めない。

乾燥減量 10.0%以下 (105°C、4時間)

強熱残分 20.0%以下

定量法 (1) 窒素 本品を乾燥し、その約0.05g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=0.1401mg N

(2) グルクロン酸 本品を乾燥し、その約0.050gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に1000mLと

する。その1 mLに氷冷しながら四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液5 mLを加えて混和し、水浴上で10分間加熱する。直ちに氷冷し、カルバゾール・エタノール(95)溶液(1→800)0.2 mLを加えて混和し、水浴上で15分間加熱後、放冷して試料液とする。別にD-グルクロノラクトンを1.00mg、2.00mg、3.00mg及び4.00mgをそれぞれ量り、水を加えて溶かし、それぞれ正確に100 mLとし標準液とする。標準液1 mLを量り、氷冷しながら四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液5 mLを加えて混和し、水浴上で10分間加熱する。直ちに氷冷し、カルバゾール・エタノール(95)溶液(1→800)0.2 mLを加えて混和し、水浴上で15分間加熱後、放冷する。これらの液及び試料液の波長530 nmにおける吸光度を測定し、標準液の吸光度から得た検量線を用いて試料液中のD-グルクロノラクトン含量を求め、その値に1.102を乗じてグルクロン酸含量を求める。

【試薬・試液】

塩化セチルピリジニウム一水和物 $C_{21}H_{38}NCl \cdot H_2O$ [6004-24-6]

本品は、白～微黄色の粉末である。

融点 80～87°C

D-グルクロノラクトン $C_6H_{12}O_6$ [32449-92-6]

日本薬局方D-グルクロノラクトン標準品を用いる。

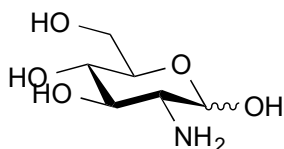
血液浮遊液(1%) 動物の脱繊維した血液1 mLに滅菌した生理食塩水を適量加えて混和する。遠心分離等で血球を沈殿させ、上澄液を除去し、再び滅菌した生理食塩水を適量加えて混和する。この操作を上澄液が透明になるまで繰り返す。上澄液が透明になったら、滅菌した生理食塩水を加えて100 mLとする。用時調製する。

血液寒天培地 ハートインフュージョン寒天培地(微生物限度試験に適するものを用いる)950 mLを高圧滅菌する。約50°Cに冷却後、ウマ又はヒツジ脱繊維素血液50 mLを加えて滅菌したシャーレに分注し、平板とする。

別紙4 成分規格案

グルコサミン

Glucosamine



$C_6H_{13}NO_3$

分子量 179.17

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*)-3-Amino-6-(hydroxymethyl)oxane-2, 4, 5-triol [3416-24-8]

定義 本品は、キチン（エビ、カニ等甲殻類の甲殻若しくはイカの甲を、酸性水溶液で炭酸カルシウムを除去した後、アルカリ性水溶液でタンパク質を除去したもの、若しくはアルカリ性水溶液でタンパク質を除去した後、酸性水溶液で炭酸カルシウムを除去したもの、又は糸状菌（*Aspergillus niger*に限る。）の培養液を、アルカリ性水溶液でタンパク質を除去して得られたもので、*N*-アセチル-D-グルコサミンの多量体からなるものをいう。）を塩酸で加水分解し、分離して得られたグルコサミン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、D-グルコサミン塩酸塩（ $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl=215.63$ ）として98%以上を含む。

性状 本品は、白～類白色の結晶又は粉末であり、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→100）0.5mLにアセチルアセトン試液1.0mLを加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後、エタノール10mL及びエールリッヒ試液1.0mLを加え混合する。室温に1時間静置するとき、赤～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→100）1.0mLにニンヒドリン試液1.0mLを加え、水浴上で加熱するとき、液は紫～青紫色を呈する。

pH 3.0～5.0（10g、水100mL）

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明（1.0g、水20mL）

(2) 塩化物 Clとして16～18%

本品0.1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬としてクロム酸カリウム溶液（1→20）5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。終点は、液の黄色が赤褐色に変わるときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液 1mL=3.545mg Cl

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

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

乾燥減量 0.5%以下（105℃、3時間）

強熱残分 0.3%以下（600℃、3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。別に定量用グルコサミン塩酸塩を乾燥し、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。

D-グルコサミン塩酸塩($C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$)の含量 (%)

$$= \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

ただし、 M_S ：定量用グルコサミン塩酸塩の採取量(g)

M_T ：試料の採取量(g)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 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25cm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(3 : 1)

流量 グルコサミンの保持時間が約12分になるように調整する。

【試薬・試液】

グルコサミン塩酸塩、定量用 $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ [66-84-2]

本品は、白～類白色の結晶、結晶性の粉末又は粉末である。

含量 98.0%以上

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +70 \sim +75^{\circ}$ (0.1g、水、10mL) ただし、20時間放置後、測定する。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水50mL及び硝酸(1→3) 5 mLを加えて溶かし、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認には電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

0.1mol/L硝酸銀溶液 1 mL = 21.56mg $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$

定量用グルコサミン塩酸塩 グルコサミン塩酸塩、定量用を見よ。

ヒマワリ種子抽出物

Sunflower Seed Extract

ヒマワリエキス

ヒマワリ種子エキス

ヒマワリ抽出物

定義 本品は、ヒマワリ (*Helianthus annuus* L.) の種子から得られた、イソクロロゲン酸及びクロロゲン酸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。

含量 本品は、イソクロロゲン酸及びクロロゲン酸の合計量として0.4%以上を含む。

性状 本品は、淡黄～褐色の粉末、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 本品0.1gに水100mLを加え、振り混ぜてろ過し、ろ液に水酸化ナトリウム溶液（1→100）2～3滴を加えるとき、液は、直ちに黄み又は緑みの灰～黄色を呈する。

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

(2) ヒ素 Asとして1.5 μ g/g以下（1.0g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

強熱残分 15.0%以下

定量法 本品50～300mgを精密に量り、ギ酸（1→1000）に溶かして正確に50mLとする。この液をメンブランフィルター（孔径0.45 μ m）でろ過し、ろ液を検液とする。別に定量用クロロゲン酸約10mgを精密に量り、ギ酸（1→1000）に溶かして正確に100mLとし、クロロゲン酸標準液とする。更に定量用イソクロロゲン酸約1mgを精密に量り、ギ酸（1→1000）に溶かして正確に10mLとしてイソクロロゲン酸標準液とする。検液及び標準液について、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のイソクロロゲン酸のピーク面積 A_{TI} 及び B_{SI} 並びにクロロゲン酸のピーク面積 A_{TC} 及び B_{SC} を測定し、次式により含量を求める。

イソクロロゲン酸及びクロロゲン酸の含量 (%)

$$= \left(\frac{C_{SI}}{C_T} \times \frac{A_{TI}}{A_{SI}} + \frac{C_{SC}}{C_T} \times \frac{A_{TC}}{A_{SC}} \right) \times 100$$

ただし、 C_{SI} ：イソクロロゲン酸標準液の濃度（w/v %）

C_T ：検液の試料の濃度（w/v %）

C_{SC} ：クロロゲン酸標準液の濃度（w/v %）

A_{TI} ：検液のイソクロロゲン酸のピーク面積

A_{SI} ：イソクロロゲン酸標準液のイソクロロゲン酸のピーク面積

A_{TC} ：検液のクロロゲン酸のピーク面積

A_{SC} ：クロロゲン酸標準液のクロロゲン酸のピーク面積

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 320nm）

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 ギ酸（1→1000）/メタノール混液（75：25）

流量 1.0mL/分

注入量 5～20 μ Lの一定量

【試薬・試液】

イソクロロゲン酸、定量用 $C_{25}H_{24}O_{12}$ [2450-53-5]

本品は、白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品1.0mgを量り、水10mLを加えて溶かし、検液とする。検液1.5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ等量ずつ量り、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3倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 320nm）

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

カラム管 内径2.0mm、長さ15cmのステンレス管

カラム温度 室温（一定）

移動相 水／アセトニトリル／トリクロロ酢酸混液（70：30：0.1）

流量 1.5mL／分

検液及び比較液の注入量 20～100 μ Lの一定量

クロロゲン酸、定量用 $C_{16}H_{18}O_9$ [327-97-9]

本品は、白～灰白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品1.0mgを量り、水10mLを加えて溶かし、検液とする。検液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ等量ずつ量り、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3倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 320nm）

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 室温（一定）

移動相 水／メタノール混液（7：3）

流量 1.0mL／分

検液及び比較液の注入量 20～100 μ Lの一定量

定量用イソクロロゲン酸 イソクロロゲン酸、定量用を見よ。

定量用クロロゲン酸 クロロゲン酸、定量用を見よ。

酵素処理レシチン

Enzymatically Modified Lecithin

定義 本品は、植物レシチン（アブラナ (*Brassica rapa* var. *oleifera* DC. 又は *Brassica napus* L.) 又はダイズ (*Glycine max* (L.) Merr.) の種子から得られたレシチンを主成分とするものをいう。) 又は卵黄レシチン（卵黄から得られたレシチンを主成分とするものをいう。）から得られた、ホスファチジルグリセロールを主成分とするものであり、それぞれを酵素処理レシチン（植物）と酵素処理レシチン（卵黄）と称する。

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^{ねんちゆう}な液体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 「酵素分解レシチン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「酵素分解レシチン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 本品約0.2～0.5 gをジエチルエーテル100mLに溶かし検液とする。なお、試料がジエチルエーテルに溶けない場合はクロロホルムに溶かしたものを検液とする。検液100 μ Lにつき0.2w/v%ジステアロイルホスファチジルグリセロールナトリウム・ジエチルエーテル溶液100 μ Lを対照液とし、クロロホルム/メタノール/アンモニア試液(7mol/L)(130:60:8)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から約15cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾する。デイトマー試液を噴霧して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する青色のスポットを認める。

純度試験 (1) 酸価 65以下

本品約2 gを精密に量り、酵素処理レシチン（植物）の場合はトルエン50mLに溶かして検液とし、酵素処理レシチン（卵黄）の場合はメタノール50mLを加えて、60℃以下の水浴中で加温して溶かして検液とする。なお、いずれも試料が溶けない場合は、石油エーテル/エタノール(99.5)混液(1:1)を加え、必要な場合には、加温して溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 過酸化物価 10以下

本品約5 gを精密に量り、250mL共栓三角フラスコに入れ、クロロホルム/酢酸混液(2:1)35mL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。次に窒素を止め、直ちに栓をして1分間振り混ぜた後、0.01mol/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1～3mL）、次式によって過酸化物価を求める。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えた点とする。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{b}{M_T} \times 10$$

ただし、b: 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量(mL)

M_T : 試料の採取量(g)

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

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

乾燥減量 4.0%以下(105℃、1時間)

本品が粉末の場合は乾燥減量試験法により試験を行う。本品が粒若しくは塊又は粘稠^{ねんちゆう}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秤量瓶に入れて、その質量を精密に量り、小ガラス棒を用いて速やかに粉碎して2mm以下の大きさにし、又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。

【試薬・試液】

アンモニア試液 (7mol/L) アンモニア水 (28) 467mLを量り、水を加えて1000mLとする。

ジステアロイルホスファチジルグリセロールナトリウム $C_{42}H_{82}O_{10}PNa$ [67232-82-0]

本品は、白色の結晶又は粉末である。

ディットマー試液 硫酸試液 (12.5mol/L) 100mLに酸化モリブデン (VI) 4.01gを加え、静かに煮沸して溶かし、A液とする。A液50mLに粉末モリブデン0.18gを加え、15分間静かに煮沸し、放冷後、上澄液を傾斜して分取し、B液とする。使用時に等容量のA液及びB液を混ぜて、混合液の2倍容量の水を加えて使用する。

粉末モリブデン Mo [7439-98-7]

本品は、黒灰色の粉末である。

含量 97.0%以上

定量法 本品約0.2gを精密に量り、ビーカーに入れ、王水 (1→2) 10mLを加え、時計皿で蓋をし、泡が消えるまで放置する。溶液がほぼ無色になるまで加熱し、放冷後、200mLのメスフラスコに移し、水を加えて200mLとする。この液20mLを正確に量り、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液40mL及び塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (1→10) 10mLを加え、アンモニア水 (28) (2→5) を用いてpH2に調整し、10分間煮沸する。放冷後、0.01mol/L硝酸ビスマス溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液3滴)。終点は、液の黄色が黄赤色になるときとする。別に空試験を行い、補正する。

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL=0.9596mg Mo

硫酸試液 (12.5mol/L) 水100mLに硫酸230mLをかき混ぜながら徐々に加え、室温に戻るまで放置し、使用する。調製時には発熱するが、強制的に冷却するとビーカーが割れる場合があるので注意する。

ゲンチアナ抽出物

Gentian Root Extract

定義 本品は、ゲンチアナ (*Gentiana lutea* L.) の根又は根茎から得られたアマロゲンチン及びゲンチオピクロシドを主成分とするものである。

性状 本品は、淡黄褐～褐色の粉末で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5gを量り、エタノール(99.5)10mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき、液は、緑色を呈する。この液をろ過し、ろ液に水酸化ナトリウム試液(1mol/L)2滴を加え、必要な場合には、ろ過するとき、液は、黄色を呈する。

(2) 本品0.5gにメタノール10mLを加え、5分間振り混ぜて、ろ過し、ろ液を検液とする。別にアマロゲンチン及びゲンチオピクロシドをそれぞれ1mgずつ量り、それぞれにメタノール1mLを加えて溶かした液を対照液とする。検液及び対照液10 μ Lにつき、酢酸エチル/エタノール(99.5)/水混液(8:2:1)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から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾した後、紫外線(波長254nm)下で観察するとき、検液は、対照液のアマロゲンチン又はゲンチオピクロシドのいずれかと同位置に主スポットを認める。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を担体とし、110 $^{\circ}$ Cで1時間乾燥したものを使用する。

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

(2) ヒ素 Asとして1.5 μ g/g以下(1.0g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 10.0%以下(105 $^{\circ}$ C、6時間)

灰分 10.0%以下

【試薬・試液】

アマロゲンチン $C_{29}H_{30}O_{13}$ [21018-84-8]

本品は、白～灰白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品10mgをメタノール2mLに溶かし、検液とする。検液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ Lずつ量り、酢酸エチル/エタノール(99.5)/水混液(8:2:1)を展開溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに展開した後、風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、検液から得た R_f 値約0.7の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。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を担体として使用する。

ゲンチオピクロシド $C_{16}H_{20}O_9$ [20831-76-9]

本品は、白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品10mgをメタノール2mLに溶かし、検液とする。検液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ Lずつ量り、酢酸エチル/エタノール(99.5)/水混液(8:2:1)を展開溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに展開した後、風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、検液から得た R_f 値約0.4の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。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を担体とし110℃で1時間乾燥したものを使用する。

塩水湖水低塩化ナトリウム液

Sodium Chloride-decreased Brine (Saline Lake)

定義 本品は、塩水湖水から塩化ナトリウムを析出分離して得られた、アルカリ金属塩類及びアルカリ土類金属塩類を主成分とするものである。

含量 本品は、マグネシウム (Mg=24.31) 6.0~9.0%を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の液体で、においがなく、苦味がある。

確認試験 (1) 本品に水酸化ナトリウム試液 (1mol/L)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 (1mol/L)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) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水 20mLを加えた後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、水酸化ナトリウム試液(0.02mol/L)2.0mLを加えるとき、赤色を呈する。

(ii) 液が赤色ならば、その色は、塩酸試液(0.02mol/L) 3.0mLを加えるとき消える。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 2.4%以下

本品 1.0gを量り、水を加えて100mLとする。この液 1.0mLを量り、ネスラー管に入れ、水約 30mLを加えて溶かし、液がアルカリ性の場合には、塩酸 (1→4)を加えて中和し、更に塩酸 (1→4) 1mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液には、0.005mol/L硫酸0.50mLを用いる。

(3) 臭化物 Br として 1.0%以下

本品 1.0gを量り、水を加えて溶かし、500mLとする。この液 10mLを量り、水を加えて100mLとする。この液 2mLを量り、水 3mL、フェノールレッド試液(pH4.7) 2mL及びp-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1mLを加え、直ちに混和し、2分間放置し、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1.191gを量り、水を加えて溶かして正確に1000mLとする。この液 1mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとする。この5mLを正確に量り、フェノールレッド試液 (pH4.7) 2mL及びp-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 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。

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

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ナトリウム Na として 1.5%以下

本品 1.0gを量り、水を加えて1000mL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を量り、水を加えて溶かし、正確に1000mLとする。この液 15mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光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

(6) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第1法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

定量法 本品 約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、A液とする。A液 5 mL を正確に量り、水 50mL 及びアンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 エリオクロムブラック 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。別に A液 20mL を正確に量り、水を加えて 100mL とし、L (+) -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 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 NN指示薬約 0.1 g)、その消費量を b (mL) 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きとする。次式によりマグネシウムの含量を求める。

$$\text{マグネシウム (Mg) の含量 (\%)} = \frac{(a - b \times 0.25) \times F}{M_T} \times 100$$

ただし、F: 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL に相当するマグネシウムの量 (g) (0.004861)

M_T : 試料採取量 (g)

コメヌカロウ

Rice Bran Wax

コメヌカワックス

ライスワックス

定 義 本品は、米ぬか油から得られた、リグノセリン酸ミリシルを主成分とするものである。

性 状 本品は、淡黄～淡褐色の薄片又は塊で、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。

融 点 70～83℃ (第2法)

けん化価 70～160

本品約3 gを精密に量り、けん化用フラスコに入れ、キシレン25mLを加えて静かに振り混ぜ、完全に澄明になるかわずかに濁る程度に試料を溶かす。この液にエタノール50mL及び0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液25mLを正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら2時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

ヨウ素価 20以下

本品約1 gを500mL共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン30mLに溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 10以下

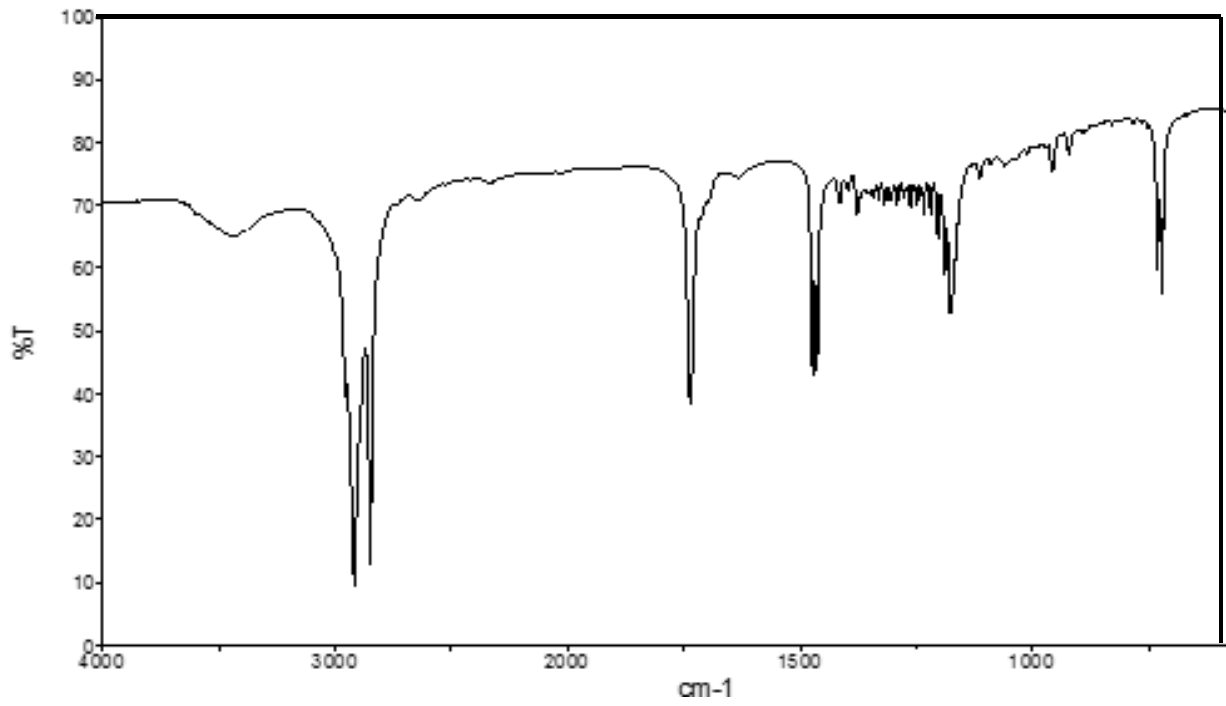
本品約3 gを精密に量り、エタノール (99.5) /シクロヘキサン混液(1:5)50mLを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

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

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

強熱残分 0.3%以下

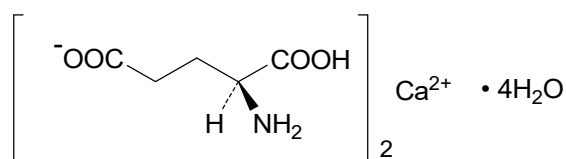
[参照赤外吸収スペクトル]
コメヌカロウ



別紙10 成分規格案

L-グルタミン酸カルシウム

Monocalcium Di-L-Glutamate



$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量

404.38

Monocalcium bis[monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate] tetrahydrate [69704-19-4]

含量 本品を無水物換算したものは、L-グルタミン酸カルシウム ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8 = 332.32$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1000) 5mLにニンヒドリン溶液 (1→1000) 1mLを加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +27.4 \sim +29.2^\circ$ (10g、塩酸 (1→4)、100mL、無水物換算)

pH 6.7~7.3 (1.0g、水10mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0g、水10mL)

(2) 塩化物 Clとして0.10%以下 (70mg、比較液 0.01mol/L塩酸0.20mL)

(3) 鉛 Pbとして1 $\mu\text{g/g}$ 以下 (4.0g、第5法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を50mLに変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液1mLを用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素 Asとして1.9 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.79g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

水分 19%以下 (0.3g、容量滴定法、直接滴定) [ただし、水分測定用メタノールの代わりに、水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液 \(2:1\) を用いる。](#)

定量法 本品約0.2gを精密に量り、水約50mLを加えて溶かし、アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約2mLを加え、0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラックT試液3滴)。終点は、液の赤色が青色になるときとする。別に空試験を行い補正し、更に無水物換算を行う。

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mL=6.646mg $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8$

【試薬・試液】

[水分測定用ホルムアミド](#) ホルムアミド、水分測定用を見よ。

[ホルムアミド、水分測定用 \$\text{HCONH}_2\$](#) [K8873、特級]

[本品1g中の水分が1mg以下のものを用いる。](#)

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* (Swingle) C. Jeffrey ex A. M. Lu & Zhi Y. Zhang (*Momordica grosvenorii* 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 ($C_{60}H_{102}O_{29}$ =1287.43) 20%以上を含む。

性状 本品は、**淡黄白**～淡褐色の粉末であり、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50mg～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V5～10mg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2 μ L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から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、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、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものをを用いる。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして1 μ g/g以下 (4.0g、第2法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして0.8 μ g/g (2.5g、第3法、標準色 ヒ素標準液4.0mL、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0.45 μ m) 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。

$$\begin{aligned} & \text{モグロシドV (C}_{60}\text{H}_{102}\text{O}_{29}\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{定量用モグロシドVの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 10 \times 100 \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 203nm)

カラム充填剤 5 μ m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 (37 : 13)

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。

プロピレングリコール脂肪酸エステル

Propylene Glycol Esters of Fatty Acids

定義 本品は、脂肪酸とプロピレングリコールのエステル又は油脂とプロピレングリコールのエステル交換物である。

性状 本品は、白～淡黄褐色の粉末、薄片、粒若しくは、ろう状の塊若しくは半流動体又は無～淡黄褐色の粘稠な液体であり、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 0.1 g にエタノール (95) 2 mL を加えて加温して溶かし、硫酸 (1→20) 5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を生じる。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル 3 mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) 本品約 5 g に 3.5w/v% 水酸化カリウム・エタノール試液 50 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱する。この液のメタノール溶液 (1→5) を検液とする。メタノール/プロピレングリコール混液 (9 : 1) 及びメタノール/グリセリン混液 (9 : 1) を対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 5 µL ずつ量り、アセトン/水混液 (9 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線から約 15 cm の高さに上昇したとき展開を止め、風乾し、110°C で 10 分間加熱して溶媒を除く。冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110°C で 20 分間加熱して呈色させ、観察するとき、対照液のプロピレングリコールと同位置に黄色のスポットを認める。また、更に対照液のグリセリンと同位置の黄褐色のスポットを認める場合もある。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 酸価 8.0 以下 (油脂類試験法)

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g、第 2 法、比較液鉛標準液 10.0 mL、フレイム方式)

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

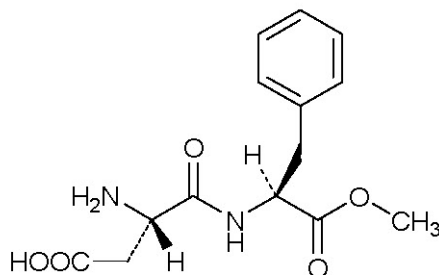
(4) ポリオキシエチレン 「ソルビタン脂肪酸エステル」の純度試験(4)を準用する。

強熱残分 1.5%以下

アスパルテーム

Aspartame

L-α-アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル



$C_{14}H_{18}N_2O_5$

分子量294.30

Methyl L-α-aspartyl-L-phenylalaninate [22839-47-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは、アスパルテーム ($C_{14}H_{18}N_2O_5$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき、波数 3330cm^{-1} 、 1737cm^{-1} 、 1666cm^{-1} 、 1379cm^{-1} 、 1227cm^{-1} 及び 699cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1→1000) 5 mLにニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mLを加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +14.5 \sim +16.5^\circ$ (2 g、ギ酸試液 (15mol/L) 50mL、乾燥物換算)
ただし、30分以内に測定する。

pH 4.5~6.0 (1.0 g、水125mL)

純度試験 (1) 溶状無色、澄明 (0.20 g、塩酸 (1→60) 20mL)

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

(3) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第1法、標準色ヒ素標準液3.0mL、装置B)

(4) 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸として1.5%以下

本品0.10 gを量り、水/メタノール混液 (9 : 1) ~~20mLに溶かし、~~を加えて溶かし、20mLとし、検液とする。別に5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸25mgを量り、メタノール10mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとし、比較原液とする。比較原液15mLを量り、水/メタノール混液 (9 : 1) を加えて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うとき、検液の5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク面積は、比較液の5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長210nm)

カラム充填剤 ~~40~~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4.6mm、長さ~~250mm~~15cmのステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 リン酸二水素カリウム 5.6 g を水 820mL に溶かし、メタノール 180mL を加える。水に溶かして 820mL とし、リン酸 (1→10) で pH4.3 に調整した後、メタノール 180mL を加えて混合する。

流量 ~~2~~ 1 mL/分

- (5) 他の光学異性体 L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルとして ~~0.04~~ 0.02 % 以下

~~本品 0.50 g を量り、クエン酸緩衝液 (pH2.2) を加えて溶かし、100mL とし、検液とする。別に L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル溶液 (1→50000) 10mL を量り、クエン酸緩衝液 (pH2.2) を加えて 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ等量ずつ量り、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 L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク高さは、比較液の L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク高さを超えない。~~

本品 0.10 g を量り、水/メタノール混液 (9 : 1) を加えて溶かし、20mL とし、検液とする。別に L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル 20mg を量り、水/メタノール混液 (9 : 1) を加えて溶かし、100mL とし、比較原液とする。比較原液 1mL を量り、水/メタノール混液 (9 : 1) を加えて 200mL 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うとき、検液の L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク面積は、比較液の L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク面積を超えない。

操作条件

~~検出器 可視吸光光度計 (測定波長 570nm)~~

~~カラム充填剤 17 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 9mm、長さ 55cm のガラス管~~

~~カラム温度 55 $^{\circ}$ C~~

~~移動相 クエン酸緩衝液 (pH5.28)~~

~~流量 1 mL/分~~

~~反応コイル 内径 0.5mm、長さ 29m のテフロン管~~

~~反応槽温度 100 $^{\circ}$ C~~

~~ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液の流量 0.5mL/分~~

~~検液及び比較液の注入量 50~500 μ L の一定量~~

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 220nm)

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

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 A リン酸緩衝液 (0.05mol/L) 870mL にアセトニトリル 130mL を加えて混合する。

移動相 B リン酸緩衝液 (0.05mol/L) 800mL にアセトニトリル 200mL を加えて混合する。

濃度勾配 移動相 A で 25 分間保持した後、移動相 B で 15 分間保持する。

流量 0.8mL/分

乾燥減量 4.5% 以下 (105 $^{\circ}$ C、4 時間)

強熱残分 0.2% 以下

定量法 本品約0.3 gを精密に量り、ギ酸3 mLを加えて溶かし、酢酸50 mLを加え、直ちに0.1 mol/L過塩素酸で滴定する。終点の確認には、通例、電位差計を用いる。指示薬 *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mLを用いる場合の終点は、液の褐色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1 mol/L過塩素酸 1 mL = 29.43 mg $C_{14}H_{18}N_2O_5$

【試薬・試液】

~~クエン酸緩衝液 (pH2.2)~~

~~クエン酸緩衝液 (pH5.28)~~

~~ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液~~

リン酸緩衝液 (0.05 mol/L) リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.9 g 及びリン酸水素二ナトリウム 3.55 g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。

二酸化チタン
Titanium Dioxide

TiO₂ 分子量 79.87

Titanium dioxide [13463-67-7]

含 量 本品を乾燥したものは、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を除き、二酸化チタン (TiO₂) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末であり、においがなく、味がない。

確認試験 本品0.5gに硫酸5mLを加え、硫酸の蒸気が発生するまで穏やかに加熱する。冷後、水を徐々に加えて約100mLとし、ろ過する。このろ液5mLに過酸化水素試液を加えるとき、黄赤～橙赤色を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 0.25%以下

本品4.0gを量り、水50mLを加えて振り混ぜた後、一夜放置する。次に塩化アンモニウム溶液(1→10)2mLを加えて振り混ぜる。析出物が沈降しない場合には、更に塩化アンモニウム溶液(1→10)2mLを追加する。放置して析出物が沈降した後、水を加えて200mLとし、振り混ぜながらろ過する。初めのろ液10mLを捨て、得られたろ液の100mLを、あらかじめ質量を量った白金製のろつぼに入れ、蒸発乾固し、恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 塩酸可溶物 0.50%以下、ただし、酸化アルミニウム又は二酸化ケイ素を含む場合は1.5%以下

本品5.0gを量り、塩酸(1→20)100mLを加えて振り混ぜ、水浴上で30分間時々かき混ぜながら加熱し、ろ過する。残留物を塩酸(1→20)10mLずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

(3) 鉛 Pbとして10μg/g以下(4.0g、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

本品に塩酸(1→20)50mLを加え、時計皿等で蓋をして20分間沸騰させた後、遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いた容器及び残留物を熱湯10mLで3回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。さらに、用いたろ紙を10～15mLの熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mLとし、試料液とする。試料液10mLを量り、塩酸を1/4容量加え、穏やかに加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸(1→100)を加えて加温する。冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

(4) ヒ素 Asとして1μg/g以下(10g、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

本品を量り、250mLのビーカーに入れ、塩酸(1→20)50mLを加え、時計皿等で蓋をして煮沸するまで加熱し、更に15分間穏やかに煮沸した後、遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いたビーカー及び残留物を熱湯10mLずつで3回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。さらに、用いたろ紙を10～15mLの熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mLとし、試料液とする。試料液15mLを量り、検液とする。

(5) 酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素 2.0%以下

本品を乾燥し、その約0.5gを白金製又はニッケル製のろつぼに精密に量り、水酸化カリウム5g及びホウ酸2gを加えて混和し、加熱して完全に融解する。冷後、ろつぼを250mLのポリプロピレン製又はポリテトラフルオロエチレン製のビーカーに入れ、熱湯150mLを加え、必要な場

合には、加温しながらるつぼを揺り動かして、るつぼ内の固形物を溶解又は懸濁させる。るつぼをビーカーから取り出し、少量の水で洗い、その洗液をビーカーに入れる。塩酸50mLをビーカーに加えてかくはんし、ポリプロピレン製のメスフラスコに移して水を加えて250mLとし、試料液とする。試料液を塩酸（1→20）で正確に4倍に希釈し、検液とする。別にアルミニウム標準原液及びケイ素標準原液適量を正確に量り、塩酸（1→20）を加えて1 mL中にアルミニウム及びケイ素それぞれ0.2～10μgを含む3種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のアルミニウム濃度 C_A (μg/mL) 及びケイ素濃度 C_B (μg/mL) を求め、次式により酸化アルミニウムと二酸化ケイ素の合計量を求める。

$$\text{酸化アルミニウムと二酸化ケイ素の合計量 (\%)} = \frac{C_A \times 1.889 + C_B \times 2.139}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10}$$

乾燥減量 0.5%以下 (105°C、3時間)

強熱減量 ~~0.5~~1.0%以下 (乾燥物、775～825°C)

定量法 純度試験(5)で得た試料液を塩酸（1→20）で正確に1000倍に希釈し、検液とする。別にチタン標準液を正確に量り、塩酸（1→20）を加えて1 mL中にチタン0.2～2 μgを含む3種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のチタン濃度 C (μg/mL) を求め、次式により二酸化チタン含量を求める。

$$\text{二酸化チタン含量 (\%)} = \frac{C \times 25 \times 1.668}{M \times (100 - a)} \times 100$$

ただし、 C ：検液中のチタン濃度 (μg/mL)

M ：試料の採取量 (g)

a ：酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素の合計量 (%)

キサントガンム

Xanthan Gum

キサント多糖類

ザンサンガム

定義 本品は、キサントモナス属細菌 (*Xanthomonas campestris*に限る。) 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。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。

含量 本品を乾燥したものは、キサントガンム 72.0～108.0%含む。

性状 本品は、白～類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 あらかじめ水 300mL を 80℃まで加熱し、500mL のビーカーの中でかくはん機により高速でかくはんしながら、本品 1.5 g 及びカロブベーンガム 1.5 g の粉末を混合したものを添加する。混合物が溶解するまで 60℃以上でかくはんした後、30 分間以上 60℃以上でかくはんを続ける。かくはん後、室温になるまで 2 時間放置した後、更に 4℃以下まで混合物を冷却するとき、弾力性のあるゲルが形成されるが、カロブベーンガムを添加せずに、対照として同様に調製した 1%溶液では弾力性のあるゲルが形成されない。

純度試験 (1) 総窒素 1.5%以下 (約 0.2 g、セミマイクロケルダール法)

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

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

(4) 2-プロパノール 0.05%以下

(i) 装置 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(7)を準用する。

(ii) 操作法 本品約 2 g を A に精密に量り、水 200mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らし、泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で、留分が約 90mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に 2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 8 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 2.0µL 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 2-メチル-2-プロパ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の比 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。

$$2\text{-プロパノールの量}(\%) = \frac{2\text{-プロパノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.2$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250µm 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℃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 16.0%以下 ~~(105℃、4 時間乾燥後)~~ (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイヨン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定量法 あらかじめガラスろ過器 (1 G 4) を 80℃で 30 分間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。乾燥した本品約 0.5 g を精密に量り、水酸化カリウム溶液 (1→25) 10mL を加えて溶かし、水 90mL を加える。この液に塩酸 (1→3) 15mL 及びエタノール (99.5) ~~を~~ 300mL を加えてよくかき混ぜた後、2 時間放置し、毎分 4000 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、エタノール (99.5) を加え、以下同様の操作を上澄液が塩化物の反応を呈さなくなるまで繰り返す。得られた沈殿をエタノール (99.5) を用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物をアセトンで洗った後、80℃で 1.5 時間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{キサントンガムの含量 (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

アルギン酸
Alginic Acid
昆布類粘質物

[9005-32-7]

含量 本品を乾燥物換算したものは、アルギン酸91.0～104.5%を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の繊維状の物質、粒又は粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品0.25 gを水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）50mLに溶かし、検液とする。検液10mLに塩化カルシウム二水和物溶液（1→40）2 mLを加えるとき、ゼリー状の沈殿を生じるが、検液10mLに硫酸アンモニウム飽和溶液5 mLを加えるとき、沈殿を生じない。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = 20 = -80 \sim -180^\circ$ （0.5 g、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）、100mL、乾燥物換算）

pH 2.0～3.4（3%懸濁液）

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として0.96%以下

本品0.10 gを量り、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）20mLに溶かし、塩酸（1→4）を加えて中和し、更に塩酸1 mLを加えてよく振り混ぜ、水浴中で数分間加熱する。冷後、ろ過する。次に、容器を水10mLずつで3回洗い、洗液を先のろ紙でろ過し、全てのろ液を合わせ、更に水を加えて50mLとする。この液10mLを量り、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L硫酸0.40mLに塩酸（1→4）1 mL及び水を加えて50mLとする。

(2) リン酸塩 本品0.10 gを量り、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）20mLに溶かし、硝酸（1→4）を加えて中和して均等な液とする。冷後、この液に硝酸（1→4）5 mL及びモリブデン酸アンモニウム試液20mLを加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じない。

(3) 鉛 Pbとして5 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.80 g、第1法、鉛標準液4.0mL、フレイム方式）

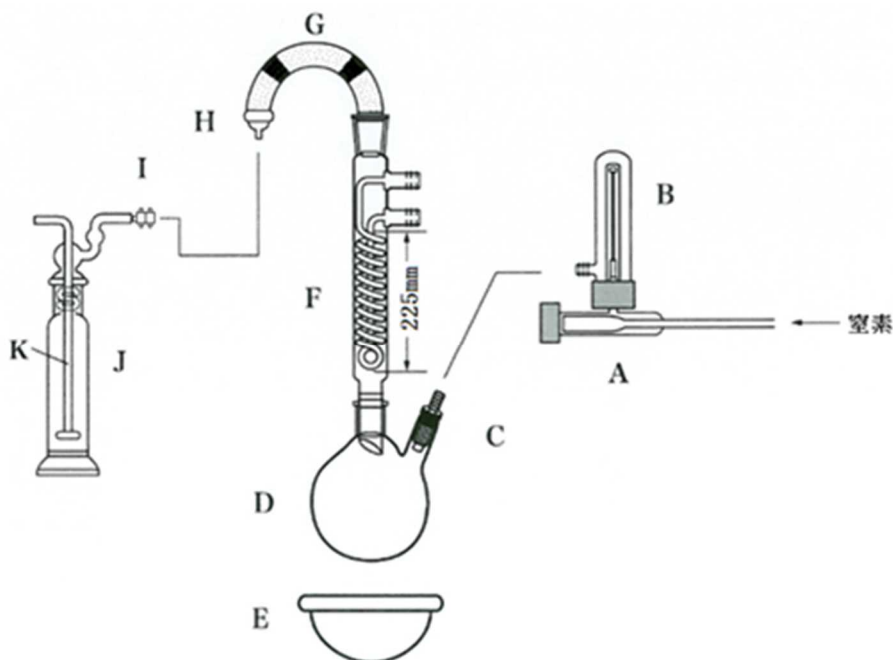
(4) ヒ素 Asとして3 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

乾燥減量 15.0%以下（105°C、4時間）

強熱残分 10.0%以下（乾燥物換算）

微生物限度 微生物限度試験法（試験法の適合性試験を除く。）により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験の試料液並びに大腸菌群試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。なお、生菌数試験及び真菌数試験の試料液の調製では、試料希釈用の液にあらかじめ水酸化ナトリウム溶液を添加しておく。また、サルモネラ試験は、本品5 gを乳糖ブイヨン培地500mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定量法 (1) 装置 概略は、次の図による。



A：キャピラリーバルブ

B：流量計

C：コネクター (ポリテトラフルオロエチレン製チューブを連結したもの)

D：反応フラスコ

E：マントルヒーター

F：還流冷却器

G：U字管（砂状の亜鉛 25 g を 2 層となるように充填する。両端及び亜鉛と亜鉛の間にはガラスウールを約 7 cm 詰める。）

H：アダプター

I：コネクター (ポリテトラフルオロエチレン製チューブを連結したもの)

J：吸尿管

K：中管（吸尿管の底付近までの長さのある、先端に荒い多孔性のフィルターが付いたもの）

- (2) 操作法 あらかじめ、Cを用いてBをDに接続し、F～Iを連結させておく。本品約 0.25 g を精密に量り、Dに入れ、塩酸（1→120）50mL を加え、数個の沸騰石を入れてFに接続する。接続部をリン酸で濡らす。Dに窒素を流し、冷却水の流量が毎分 2 L となるように調整する。DをEで加熱し、試料を 2 分間穏やかに煮沸する。その後、EをDから外し、試料を 10 分間放冷する。空のJにKを入れ、KとIをHに接続し、窒素を毎分 90～100mL で 5 分間流し、J内を窒素で置換する。窒素の流量を毎分 60～65mL とし、JからKを取り外し、Jに 1-ブタノール 10 滴を加え、0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25mL を正確に加え、更に水 50mL をK及びJの器壁を洗い込みながら加え、KとIを接続し、KをJに取り付ける蓋をずらす。DのCを取り外し、塩酸 46mL を加え、再びCを接続し、窒素を再度流す。Eで加熱し、試料を 3 時間煮沸する。次に、Eを外し、窒素流量を毎分 90～100mL として、10 分間放冷する。JからKを取り外し、水でKを洗い、洗液をJに回収する。窒素をゆっくりと流し、Kに残った水を追い出してJに集める。Jへ塩化バリウム二水和物溶液（1→10）10mL 及びかくはん子を素早く加えて、栓をしてかくはん子でゆ

っくりと1分間かくはんし、5分放置する。フェノールフタレイン試液3滴を加え、0.1mol/L塩酸で滴定する。別に空試験を行う。

0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=25.00mg アルギン酸

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「氷酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸 ($C_2H_4O_3=76.05$) 12~15%、酢酸 ($C_2H_4O_2=60.05$) 30~50%、過酸化水素 ($H_2O_2=34.01$) 4~12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2=206.03$) 1%未満又はこれにオクタン酸 ($C_8H_{16}O_2=144.21$) 10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) にメタノール5mL、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10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極にはガラス電極を、参照電極には銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 a mL及び b mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.1 \times 60.05}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素 本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液 (0.5mol/L) 75mLを加え、検液とする。検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム (IV) 溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液の橙色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これに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ときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液 (2.5mol/L) を加える。この液に更に、硫酸試液 (2.5mol/L) 2mLを加えて混ぜ、ペルオキソ二硫酸アンモニウム0.4gを加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で90分間加熱した後、約10mLとなるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液 (1→40) を加える。この液を50mLのメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合

わせ、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。試料液10mLを正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液2.0mLを加えてよく混ぜ、20分間放置し、検液とする。対照液は、水10mLを用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸二水素カリウム0.2195gを量り、水を加えて正確に1000mLとし、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に~~1000~~100mLとし、標準原液とする。標準原液0mL、3mL、5mL、10mL、15mL及び20mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に50mLとし、それぞれを10mLずつ正確に量り、試料液と同様に操作し、標準液とする。検液及び6濃度の標準液につき、波長650nmにおける吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\text{1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12}$$

- (4) オクタン酸本品約0.7g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50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約0.2g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100mLとし、標準原液とする。標準原液0.5mL、1mL、2.5mL、5mL及び10mL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20mLとし、標準液とする。検液及び5濃度の標準液をそれぞれ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。それぞれの標準液のオクタン酸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オクタン酸のピークの面積から検液中のオクタン酸の濃度(μ g/mL)を求め、次式により含量を求める。

$$\text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (}\mu\text{g/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長210nm)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

移動相 酢酸0.12gを水350mLに溶かし、アセトニトリル650mLを加える。

流量 1.0mL/分

次亜臭素酸水
Hypobromous Acid Water

定 義 本品は、1, 3-ジブロモ-5, 5ジメチルヒダントインを加水分解すること又は臭化水素及び次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カリウム若しくは次亜塩素酸カルシウムの水溶液を混合することにより得られる、次亜臭素酸を主成分とする水溶液である。

含 量 本品は、有効臭素75～900mg/kgを含む。

性 状 本品は、無色の液体であり、においがなく、又はわずかに特異なにおいがある。

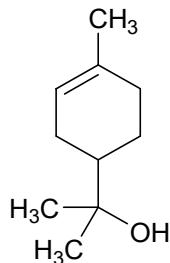
- 確認試験** (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。
- (2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。
- (3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

pH 4.0～7.5

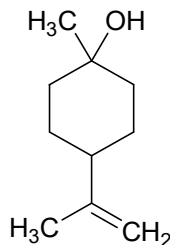
定 量 法 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1mL=0.7990mg Br

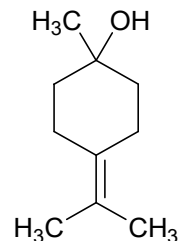
テルピネオール
Terpineol



α-テルピネオール



β-テルピネオール



γ-テルピネオール

C₁₀H₁₈O

分子量154.25

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-ol (α-terpineol), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexan-1-ol (β-terpineol) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexan-1-ol (γ-terpineol)

含量 本品は、テルピネオール (C₁₀H₁₈O) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数~~3380~~3390cm⁻¹、2965cm⁻¹、2925cm⁻¹、~~2835cm⁻¹~~、~~1385cm⁻¹~~、1377cm⁻¹、1150cm⁻¹及び1135cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収を認める。

屈折率 n_D²⁰ = 1.482～1.484

比重 d₂₀²⁰ = 0.932～0.938

純度試験 溶状 澄明 (1.0mL、70vol%エタノール2.0mL)

定量法 本品5.0g及びキシレン20.0gを量り、フラスコに入れ、無水酢酸10mL及び酢酸ナトリウム1gを加え、還流冷却器を付けて6時間穏やかに煮沸する。冷後、水10mLを加えて時々振り混ぜながら水浴中で15分間加熱する。冷後、内容物を分液漏斗にとり、水層を分離する。油層を炭酸ナトリウム溶液(1→8)で洗液がアルカリ性となるまで洗い、更に塩化ナトリウム溶液(1→10)で洗液が中性になるまで洗った後、乾燥した容器に入れ、硫酸ナトリウム約2gを加えて振り混ぜ、約30分間放置し、ろ過する。このろ液約5gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、4時間とし、別に空試験を行い、次式により含量を求める。

テルピネオール (C₁₀H₁₈O) の含量 (%)

$$\frac{154.2 \times (a - b) \times 0.5}{[S - (a - b) \times 0.02102] \times 5 / 25 \times 1000} \times 100$$

ただし、a : 空試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

b : 本試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

S : ろ液の採取量 (g)

試薬・試液

DPD・EDTA試液 N , N -ジエチルー p -フェニレンジアミン硫酸塩1.1 g を乳鉢ですり潰し、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.2 g 及び少量の水を加え、必要な場合には、かくはんしながら加温して溶かし、25 w/v %硫酸 8 mLを加えて混合した後、水を加えて1000 mLとする。

MES緩衝液 (0.05 mol/L、pH6.0、塩化ナトリウム含有) 2-(N -モルホリノ)エタンスルホン酸 n 水和物9.8 g 及び塩化ナトリウム17.5 g を量り、水900 mLを加えて溶かし、30 w/v %ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (~~3~~→20) 試液1.5 mL 0.75 g を加え、pH6.0に調整した後、水を加えて1000 mLとする。

アゾキシストロビン、定量用 $C_{22}H_{17}N_3O_5$ [131860-33-8]

本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、アゾキシストロビン ($C_{22}H_{17}N_3O_5$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は錠剤法により測定するとき、波数 2230cm^{-1} 、 1625cm^{-1} 、 1587cm^{-1} 、 1201cm^{-1} 、 1155cm^{-1} 及び 840cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 $115\sim 119^\circ\text{C}$

定量法 本品約20 mg及び1, 4-B TMS B - d_4 約4 mgをそれぞれ精密に量り、重水素化アセトニトリル2 mLを加えて溶かす。この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ、密閉し、次の操作条件でプロトン共鳴周波数400 MHz以上の装置を用いて ^1H NMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルを δ ~~0.23~~0 ppmとし、 δ ~~3.40~~3.17~3.57 ppm、 δ ~~6.43~~6.20 ppm及び δ ~~8.28~~8.05 ppm付近のシグナルの面積強度をそれぞれ A_1 (水素数6に相当)、 A_2 (水素数1に相当) 及び A_3 (水素数1に相当) とするとき、 $(A_1/6)/A_2$ 、 $(A_1/6)/A_3$ 及び A_2/A_3 がそれぞれ1.0となることを確認する。1, 4-B TMS B - d_4 のシグナルの面積強度を18.00としたときの A_1 、 A_2 及び A_3 の和を I とし、水素数の和を N 、1, 4-B TMS B - d_4 の純度を P (%) とし、次式によりアゾキシストロビンの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

アゾキシストロビン ($C_{22}H_{17}N_3O_5$) の含量 (%)

$$= \frac{1, 4\text{-B TMS B} - d_4 \text{の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 1.781$$

操作条件

スピニング オフ

^{13}C 核デカップリング あり

取り込み時間 4秒以上

観測スペクトル幅 -5~15 ppmを含む20 ppm以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 64秒以上

ダミースキャン 1回以上

積算回数 8回以上

α-アミラーゼ用試料希釈液 次のいずれかを使用する。

- (1) 炭酸カルシウム0.84 g及び塩化ナトリウム0.29 gを量り、水を加えて溶かし、100mLとし、更に水を加えて500倍容量に薄める。
- (2) 硫酸カルシウム二水和物0.34 g、ホウ酸0.53 g及び四ホウ酸ナトリウム十水和物0.14 gを量り、水を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→10) 0.5mL及び水を加えて1000mLとする。
- (3) 30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 試液2583mg及び塩化カルシウム二水和物4.41 gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。
- (4) 冷却した塩化ナトリウム溶液 (3→500)
- (5) 酢酸カルシウム試液 (0.2mol/L) 5 mL、酢酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 20mL及び塩化ナトリウム試液 (2 mol/L) 50mLを量り、約800mLの水に加え、酢酸試液 (0.1mol/L) でpH6.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。
- (6) pH7.0のリン酸緩衝液 (0.02mol/L)
- (7) 塩化カルシウム二水和物0.29 gを量り、水800mLを加えて溶かし、塩化ナトリウム試液 (2 mol/L) 5 mL、pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 2 mL及び水を加えて1000mLとする。
- (8) 塩化ナトリウム1.46 gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 250mLを加えて溶かす。
- (9) ウシ血清アルブミン (酵素用) 1.0 gを量り、マレイン酸試液 (0.05mol/L、pH5.6) 100mLを加えて溶かす。
- (10) pH7.0のリン酸緩衝液 (0.1mol/L)
- (11) 塩化カルシウム二水和物0.15 gを量り、水800mLを加えて溶かし、pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 50mL及び水を加えて1000mLとする。

塩化亜鉛試液 塩化亜鉛27mgを量り、水を加えて溶かした後、30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 溶液(3→10) 試液0.75mL0.75 g 及び水を加えて1000mLとする。

塩基性硝酸ビスマス $\text{Bi}_5\text{H}_9\text{N}_4\text{O}_{22}$ [1304-85-4] (650±50°C、1時間)

6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{Na}_2\text{O}_7\text{S}_2$ [61551-82-4]

本品は、類白色の粉末である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (240nm 1% 付近の極大吸収部) = ~~2020~~1620以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に100mLとした液は、波長220nm付近及び240nm付近のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A液1.0mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色40号中の純度試験(7)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウムのピーク以外を認めない。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L、pH5.0、システイン含有) クエン酸一水和物10.5 g、30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 溶液(3→100) 試液0.23 g0.75 g 及びL-システイン3.0 gを量り、約900mLの水に溶かし、水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) でpH5.0に調整し、水を加えて1000mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 含有) 酢酸緩衝液

(1 mol/L、pH5.0) 500mLに水3.5 Lを加え、更に30 w/v %ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液に等量の水を加えて混和した液~~7.5mL~~7.5 gを加える。適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に5000mLとする。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L、pH5.5、塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有) 塩化マグネシウム六水和物1.0 g 及び塩化カルシウム二水和物0.74 g を量り、水を加えて溶かし、pH5.5の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及びを加え、更に 9 w/v %ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル ~~溶液 (3→20)~~ 試液に等量の水を加えて混和した液~~10mL~~10 gを加え、~~る。~~塩酸試液 (2 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) でpH5.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。

ジイソプロピルエーテル [K9528、特級] C₆H₁₄O [108-20-3]

ジフェニルエーテル C~~12~~¹⁸H₁₀O [101-84-8]

本品は、無色の結晶で、特異なにおいがある。

沸点 254~259°C

融点 25~28°C

純度試験 類縁物質 本品1.0 g を酢酸エチル100mLに溶かし、検液とする。検液 1 mLを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ0.5 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のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを1.0μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 100°Cから毎分10°Cで300°Cまで昇温する。

注入口温度 300°C

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。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 10

スクロース C₁₂H₂₂O₁₁ [K8383] [57-50-1] 【白糖】

~~日本薬局方精製白糖を用いる。~~

n-ドデシルベンゼンスルホン酸 C₁₈H₃₀O₃S [27176-87-0]

~~本品は、白色の粉末又は塊である。~~

~~確認試験 (1) 本品 1 g を強熱し、その残分に水20mLを加えて溶解したものをA液とする。A液10mLに塩酸 (2→3) 1 mL及び塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 1 mLを加えるとき、白い沈殿が生じる。~~

~~(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2920cm⁻¹、1180cm⁻¹、1130cm⁻¹、1040cm⁻¹及び1010cm⁻¹付近に吸収を認める。~~

~~純度試験 (1) ドデシルベンゼン C₁₂H₂₆C₆H₅として0.1%以下~~

~~本品0.5 gに水10mLを加え、エタノール (99.5) 10mL及びヘキサン (残留農薬・PCB試験用) 5 mLを加えて1分間激しく振り混ぜ、5分間放置した後、ヘキサン層をとり、B液とする。ドデシルベンゼン0.1 gを量り、ヘキサン (残留農薬・PCB試験用) で100mLとし、C液とする。B~~

~~液及びC液それぞれ5 µLにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、B液のドデシルベンゼンのピークの高さは、C液のドデシルベンゼンのピークの高さの1/10以下である。~~

~~操作条件~~

~~検出器—水素炎イオン化検出器~~

~~カラム充填剤~~

~~液相—担体に対して0.5%リン酸及び10%ジエチレングリコールサクシネート~~

~~担体—180~250µm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のガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度—150°C~~

~~注入口温度—200°C~~

~~キャリアーガス—ヘリウム~~

~~流量—45mL/分~~

~~(2) 本品20mgを水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (50:50) 100mLを加えて溶かし、検液とする。検液20 µLにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、4つの主ピークを認める。溶媒ピークを除く最大不純物ピークの面積は、4つの主ピークのうちの最小ピークの面積の10%以下である。別に空試験を行い、補正する。~~

~~操作条件~~

~~検出器—紫外吸光光度計 (測定波長222nm)~~

~~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~~

~~カラム管—内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管~~

~~カラム温度—25°C~~

~~移動相—水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (50:50) 500mLに臭化テトラメチルアンモニウム1 gを加える。~~

~~流量—1.0mL/分~~

本品は、褐色の粘性のある液体で、エタノール (99.5) に極めて溶けやすく、水に溶けやすい。

含量 本品は、n-ドデシルベンゼンスルホン酸 (C₁₈H₃₀O₃S) 90.0%~105.0%を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法のATR法により測定するとき、波数2960cm⁻¹、2920cm⁻¹、2850cm⁻¹、1465cm⁻¹、1345cm⁻¹、1164cm⁻¹、1096cm⁻¹、1006cm⁻¹、895cm⁻¹及び570cm⁻¹付近に吸収を認める。なお、ATR法は、ATR (減衰全反射)プリズム面に試料を密着させ、その反射スペクトルを測定する方法である。

定量法 本品約0.6 gを精密に量り、エタノール (中和) 50mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。終点は液の淡赤色が約30秒間残るときとする。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=32.65mg C₁₈H₃₀O₃S

納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3) クエン酸三ナトリウム二水和物6.19 g、塩化ナトリウム5.66 g、クエン酸一水和物19.80 g、エタノール (95) 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、1000mLとする。ただし、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (1→4) は、加温して融解したポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテルを量り、水を加えて調製したものをを用いる。

ピリメタニル、定量用 C₁₂H₁₃N₃ [53112-28-0]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

含量 本品は、ピリメタニル (C₁₂H₁₃N₃) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3263cm⁻¹、1588cm⁻¹、1496cm⁻¹、1251cm⁻¹、757cm⁻¹及び715cm⁻¹付近に吸収を認める。

融点 96~98°C

定量法 本品約20mg及び1, 4-B TMS B - d₄約4mgをそれぞれ精密に量り、重水素化メタノール2mLを加えて溶かす。この液を外径5mmのNMR試料管に入れ、密閉し、次の操作条件でプロトン共鳴周波数400MHz以上の装置を用いて¹H NMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d₄のシグナルをδ ~~0.230~~ ppmとし、δ ~~2.322.09~~ ppm、δ ~~6.566.33~~ ppm、δ ~~6.80~7.406.57~~ ~7.17 ppm及びδ ~~7.667.43~~ ppm付近のシグナルの面積強度をそれぞれA₁ (水素数6に相当)、A₂ (水素数1に相当)、A₃ (水素数3に相当)、A₄ (水素数2に相当) とするとき、(A₁/6) / A₂、(A₁/6) / (A₃/3)、(A₁/6) / (A₄/2)、A₂ / (A₃/3)、A₂ / (A₄/2) 及び (A₃/3) / (A₄/2) がそれぞれ1.0となることを確認する。1, 4-B TMS B - d₄のシグナルの面積強度を18.00としたときのA₁、A₂、A₃及びA₄の和をIとし、水素数の和をN、1, 4-B TMS B - d₄の純度をP (%) とし、次式によりピリメタニルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は、定量に用いない。

ピリメタニル (C₁₂H₁₃N₃) の含量 (%)

$$\frac{1, 4-B TMS B - d_4 \text{の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 0.8797$$

操作条件

スピニング オフ

¹³C核デカップリング あり

取り込み時間 4秒以上

観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60秒以上

ダミーキャン 1回以上

積算回数 8回以上

ピロリン酸塩緩衝液 (pH9.0) ピロリン酸カリウム3.3g、ジチオスレイトール15mg及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物40mgを量り、水を加えて溶かし、70mLとした後、クエン酸一水和物溶液 (21→100) でpH9.0に調整し、更に水を加えて正確に100mLとする。用時調製する。

プロテアーゼ用基質溶液 以下のうち、いずれかを使用する。

(1) カゼイン試液 (pH2.6又はpH3.0)

カゼイン (乳製) 約1gを精密に量り、105°Cで2時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物0.60gに対応するカゼイン (乳製) を量り、乳酸試液6mL及び水75mLを加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) でpH2.6又はpH3.0に調整し、水を加えて100mLとする。

(2) カゼイン試液 (pH6.0、pH7.0、pH8.0又はpH10.0)

カゼイン（乳製）約 1 g を精密に量り 105℃で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 0.60 g に対応するカゼイン（乳製）を量り、リン酸水素二ナトリウム試液（0.05mol/L）80mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、塩酸試液（1 mol/L）又は水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で pH6.0、pH7.0、pH8.0 又は pH10.0 に調整し、水を加えて 100mL とする。

(3) ジメチルカゼイン試液（pH7.0 又は pH8.0）

N, N-ジメチルカゼイン 3.2 g を量り、熱湯 200mL に加えて溶かす。四ホウ酸ナトリウム十水和物 25.9 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 13.3 g を量り、水 400mL を加えて溶かし、この中に上記の冷めた N, N-ジメチルカゼイン溶液全量及び 30w/v % ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル ~~溶液（3→10）~~ 試液 0.6mL 0.60 g 加えて混和する。塩酸試液（1 mol/L）又は水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で pH7.0 又は pH8.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

プロテアーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

(1) pH8.0 のリン酸緩衝液（0.02mol/L）

(2) 酢酸カルシウム一水和物 0.35 g 及び塩化ナトリウム 0.58 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸試液（1 mol/L）又は水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で pH6.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

(3) 亜硫酸ナトリウム溶液（1→50）

(4) 塩酸試液（0.1mol/L）に水を加え、50倍容量に薄め、これを氷冷して用いる。

(5) 塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

(6) 硫酸カルシウム二水和物 0.34 g 及び塩化ナトリウム 0.59 g を量り、水を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）2 mL、ポリオキシエチレン（10）オクチルフェニルエーテル溶液（1→10）0.5 mL 及び水を加えて 1000mL とする。

(7) 塩化カリウム 112 g 及びホウ酸 30.9 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム 8.6 g を加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。この液に亜硫酸ナトリウム溶液（1→5）1000mL、30w/v % ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル ~~溶液（3→10）~~ 試液 7.5mL 7.5 g 及び水を加えて 10 L とする。塩酸試液（1 mol/L）又は水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で pH9.0 に調整する。

(8) pH2.6 の塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.1mol/L）

ヘキサン（HPLC用） C₆H₁₄ [K8848] [110-54-3]

本品は、無色澄明で、揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2960cm⁻¹、1470cm⁻¹、1380cm⁻¹ 及び 730cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

密度 0.658～0.662 g/mL（比重測定法、第 4 法、20℃）

水分 0.01% 以下（20 g、容量滴定法、直接滴定）

吸光度 ~~210nm : 0.25 以下、230nm : 0.04 以下及び 240nm : 0.02 以下~~

本品を水を対照として、それぞれの波長における吸光度を測定するとき、210nm : 0.25 以下、230nm : 0.04 以下及び 240nm : 0.02 以下である。

ポリオキシエチレン（23）ラウリルエーテル [9002-92-0]

~~日本薬局方ラウロマクロゴールを用いる。~~ 本品は、白～帯黄白色の塊で、融解したものはエタノールに溶けやすい。

酵素活性試験に用いる場合は、酵素活性試験法に適するものを用いる。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 1466cm⁻¹、

1346cm⁻¹、1281cm⁻¹、1245cm⁻¹、1115 cm⁻¹、949cm⁻¹及び845cm⁻¹付近に吸収を認める。

水酸基価 40～60 (油脂類試験法)

純度試験 酸価 5.0以下 (油脂類試験法)

水分 4.0%以下 (0.5 g、容量滴定法、直接滴定)

~~ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液~~ ~~ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル15 g~~
~~を量り、水を加えて100mLとする。~~

30w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液 加温して融解したポリオキシエチレン
(23) ラウリルエーテル 3 gを量り、水を加えて10mLとする。

9 w/v%ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液 30w/v%ポリオキシエチレン (23)
ラウリルエーテル 試液 3 gを量り、水を加えて10mLとする。

メタノール (HPLC用) 本品は、無色澄明で揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数2950cm⁻¹、2830cm⁻¹、1450cm⁻¹、1030cm⁻¹及び660cm⁻¹付近に吸収を認める。

密度 0.789～0.792 g/mL (比重測定法、第4法、20℃)

水分 0.05%以下 (10 g、電量滴定)

吸光度 ~~210nm : 0.25以下、230nm : 0.04以下及び240nm : 0.02以下~~

本品を水を対照とし、吸収セル10mmを用い、それぞれの波長における吸光度を測定するとき、
210nm : 0.60以下、230nm : 0.15以下、240nm : 0.06以下及び260～400nm : 0.01以下である。

ヨードメタン、定量用 CH₃I ~~[K8919、特級]~~ [74-88-4] 【定量用ヨウ化メチル、ヨウ
化メチル、定量用】

本品は、無色澄明の液体であり、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95) 又は
ジエチルエーテルと混和し、水にやや溶けにくい。蒸留して42.2～42.6℃の留分をとる。

含量 本品は、ヨウ化メチル (CH₃I) 98.0%以上を含む。

比重 d₂₅²⁵=2.27～2.28

純度試験 本品 1 μLにつき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に
従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりヨウ化メ
チルの量を求めるとき、99.8%以上である。ただし、検出感度は本品 1 μLから得たヨウ化メチルの
ピーク高さがフルスケールの約80%になるように調整する。

定量法 定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し、試験を行う。

0.1mol/L硝酸銀溶液 1 mL=14.19mg CH₃I

リン酸緩衝液 (エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) リン酸水素二ナトリウム24.0 g、
リン酸二水素カリウム46.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物0.8 gを量
り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

ワキシーコーンスターチ (リントナー可溶化) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、モチトウモロコシ (*Zea mays* L. var. *ceratina* ~~Sturt.~~ Sturt.) の種子から得られたデ
ンプンを酸で処理した後、脱脂したものである。

性状 本品は、白色～淡黄色の粉末であり、においが無い。

確認試験 (1) 本品 1 gに水50mLを加えて煮沸し、放冷するとき、ほとんど溶解し、無色澄明又は
わずかに白濁した粘性の液体となる。

(2) 本品にヨウ素試液 (0.005mol/L) を滴加するとき、赤紫色を呈する。

純度試験 本品を鏡検するとき、他のデンプン粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むこ

とがあっても、極めてわずかである。鏡検は、日本薬局方一般試験法生薬試験法「鏡検」に準じて行う。

乾燥減量 5.0%以下（4 g、105℃、6時間）