

## 1. 新たに成分規格を設定する 9 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

## 2. 成分規格を改正する 10 品目等

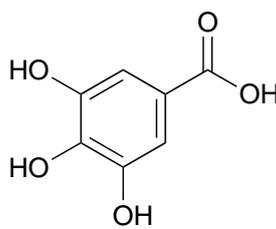
L-グルタミン酸カルシウム、ラカンカ抽出物、プロピレングリコール脂肪酸エステル、アスパルテーム、二酸化チタン、キサントガム、アルギン酸、過酢酸製剤、次亜臭素酸水、テルピネオール、試薬・試液

## 成分規格案

## 1. 新たに成分規格を設定する品目

## 没食子酸

Gallic Acid

C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>

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<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>）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<sub>4</sub>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20mg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100mLとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ5μL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。

$$\text{没食子酸 (C}_7\text{H}_6\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

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 $\mu$ 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 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 $\rightarrow$ 1000) 5mLに塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $\rightarrow$ 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 $^{\circ}$ C、2時間)

強熱残分 0.1%以下 (1g)

本品 1gを白金製のるつぼに量り、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  $\text{SO}_4$ 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°C、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、ガスバーナー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、フレーム方式)  
(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 3 mL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 3 mL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0.1 g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 $\mu\text{L}$ 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<sub>N</sub> : 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<sub>H</sub> : 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 $\mu$ 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°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 $\mu$ 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 C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> [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°C

定量法 本品約5mg及び1,4-B TMS B - d<sub>4</sub>約1mgをそれぞれ精密に量り、重水素化アセトン1mL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、次の測定条件でプロトン共鳴周波数400MHz以上の装置を用いて<sup>1</sup>H NMRスペクトルを測定する。1,4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナルを $\delta$  0 ppmとし、 $\delta$  6.65~6.68 ppm及び $\delta$  7.65~7.68 ppm付近のシグナル面積強度をそれぞれA<sub>1</sub> (水素数2に相当) 及びA<sub>2</sub> (水素数2に相当) とするとき、A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>が1.0となることを確認する。1,4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナル面積強度を18.000としたときのA<sub>1</sub>及びA<sub>2</sub>の和をIとし、水素数の和をN、1,4-B TMS B - d<sub>4</sub>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 (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>) 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

<sup>13</sup>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 -5~15ppm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

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、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**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。

$0.005\text{mol/L}$  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1mLに氷冷しながら四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液5mL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) 0.2mL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100mLとし標準液とする。標準液1mLを量り、氷冷しながら四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液5mL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) 0.2mL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530nm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**  $C_6H_8O_6$  [32449-92-6]

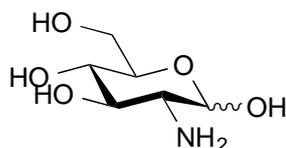
日本薬局方D-グルクロノラクトン標準品を用いる。

**血液浮遊液 (1%)** 動物の脱繊維した血液1mL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100mL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) 950mL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50mLを加えて滅菌したシャーレに分注し、平板とする。

## 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 ギ酸（1→1000）/メタノール混液（75：25）

流量 1.0mL/分

注入量 5～20 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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)

(4) ヒ素 Asとして3 $\mu$ 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** 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な液体の場合には、本品約3 gをあらかじめ質量を精密に量った海砂約15 g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砕して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、特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品0.5 g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 (1 mol/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0.5 g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1 mgずつ量り、それぞれにメタノール1 mLを加えて溶かした液を対照液とする。検液及び対照液10 $\mu$ 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°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 $\mu$ 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 $\mu$ g/g以下 (1.0 g、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°C、6時間)

**灰分** 10.0%以下

### 【試薬・試液】

**アマロゲンチン** C<sub>29</sub>H<sub>30</sub>O<sub>13</sub> [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2 mLに溶かし、検液とする。検液1 mL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 $\mu$ 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<sub>f</sub>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<sub>16</sub>H<sub>20</sub>O<sub>9</sub> [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2 mLに溶かし、検液とする。検液1 mL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 $\mu$ 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<sub>f</sub>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°C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 (1 mol/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 (1 mol/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 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL 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 (0.02 mol/L) 2.0 mL 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 (0.02 mol/L) 3.0 mL を加えるとき消える。

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 2.4% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて 100 mL とする。この液 1.0 mL を量り、ネスラー管に入れ、水約 30 mL 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) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を用いる。

(3) 臭化物 Br として 1.0% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、500 mL とする。この液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。この液 2 mL を量り、水 3 mL、フェノールレッド試液 (pH 4.7) 2 mL 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) 1 mL を加え、直ちに混和し、2 分間放置し、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15 mL を加えて混和した後、水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110 °C で 4 時間乾燥した後、その 1.191 g を量り、水を加えて溶かして正確に 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この 5 mL を正確に量り、フェノールレッド試液 (pH 4.7) 2 mL 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) 1 mL 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 590 nm 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 µg/g 以下 (0.80 g、第 5 法、比較液 鉛標準液 4.0 mL、フレイム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL 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 1.0 g を量り、水を加えて 1000 mL とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130 °C で 2 時間乾燥した後、その 2.542 g を量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 15 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL 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  $3\mu\text{g}/\text{g}$  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、 $0.01\text{mol}/\text{L}$  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  $0.01\text{mol}/\text{L}$  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:  $0.01\text{mol}/\text{L}$  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

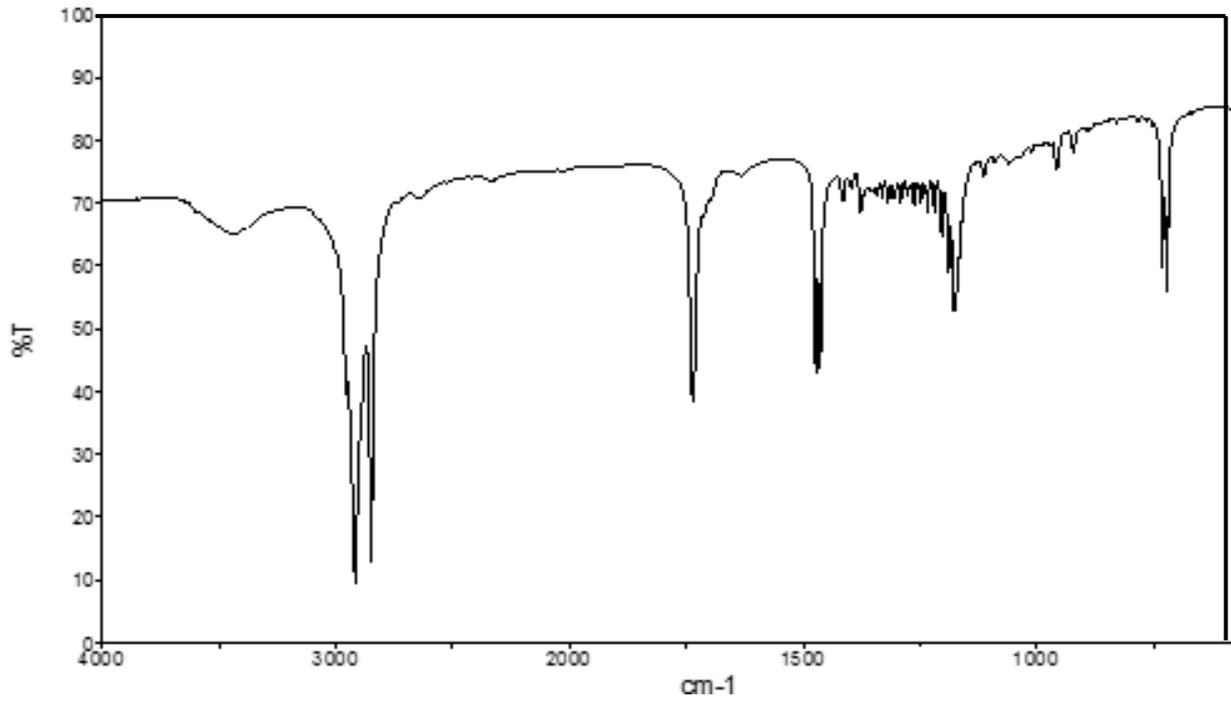
本品約3 gを精密に量り、エタノール(99.5) / シクロヘキサン混液(1:5)50mLを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして2μg/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3μg/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

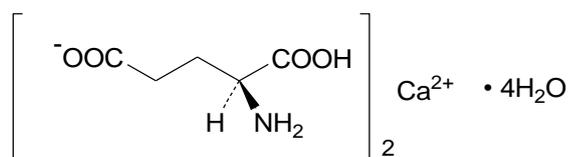
[参照赤外吸収スペクトル]  
コメヌカロウ



## 2. 成分規格を改正する品目

### 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2 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 3.5 w/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  $\mu$ L 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  $\mu$ g/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  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B)

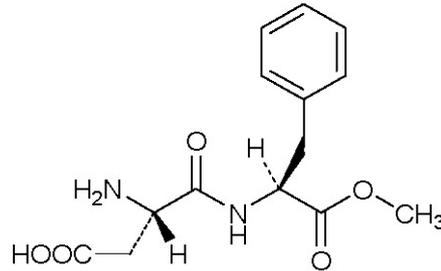
(4) ポリオキシエチレン 「ソルビタン脂肪酸エステル」の純度試験(4)を準用する。

**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 $3330\text{cm}^{-1}$ 、 $1737\text{cm}^{-1}$ 、 $1666\text{cm}^{-1}$ 、 $1379\text{cm}^{-1}$ 、 $1227\text{cm}^{-1}$ 及び $699\text{cm}^{-1}$ 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  $10\mu\text{m}$ 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4.6mm、長さ250mm15cmのステンレス管

カラム温度  $40^\circ\text{C}$

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- $\alpha$ -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~~0.040.02%~~以下

~~本品0.50g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- $\alpha$ -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- $\alpha$ -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- $\alpha$ -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- $\alpha$ -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 1 mL 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 $\mu$ 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- $\alpha$ -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- $\alpha$ -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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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0.3gを精密に量り、ギ酸3mLを加えて溶かし、酢酸50mLを加え、直ちに0.1mol/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 0.5mL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。

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

【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 (0.05mol/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 3.55g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

**二酸化チタン**  
Titanium Dioxide

TiO<sub>2</sub>

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 (TiO<sub>2</sub>) 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、加温しながらろつぼを揺り動かして、ろつぼ内の固形物を溶解又は懸濁させる。ろつぼ

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0.2～10 $\mu$ g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  $C_A$  ( $\mu$ g/mL) 及びケイ素濃度  $C_B$  ( $\mu$ g/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 $^{\circ}$ C、3時間)

**強熱減量** ~~0.5~~1.0%以下 (乾燥物、775～825 $^{\circ}$ 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  $\mu$ g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  $C$  ( $\mu$ g/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 ( $\mu$ g/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 (%)

**キサンタンガム**  
Xanthan Gum  
キサンタン多糖類  
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、キサンタンガム 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 2 μg/g 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液鉛標準液 4.0mL、フレーム方式)

(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 3.0mL、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 2.0 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。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。

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 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℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 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°C、2.5 時間)

**灰 分** 16.0%以下-(105°C、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オン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1°C 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 を乳糖ブイオン培地 200mL 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** あらかじめガラスろ過器 (1 G 4) を 80°C 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°C 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**  
Alginate 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  $5 \mu g/g$ 以下（0.80 g、第1法、鉛標準液4.0mL、フレイム方式）

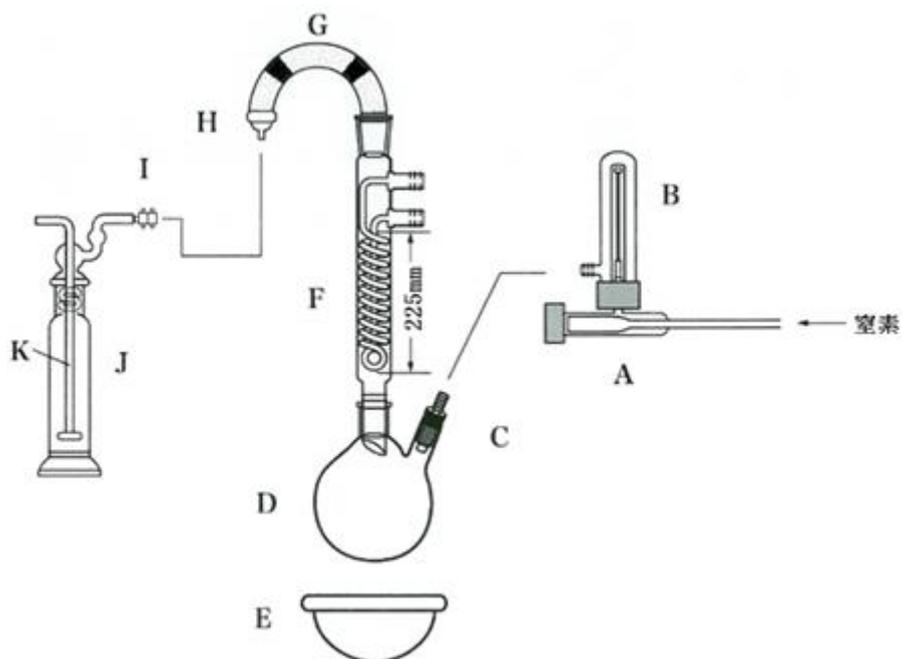
（4）ヒ素 Asとして  $3 \mu g/g$ 以下（0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

**乾燥減量** 15.0%以下（105℃、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、 $35 \pm 1^\circ C$ で $24 \pm 2$ 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 : 吸収管

K : 中管 (吸収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に取り付ける蓋をする。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-ジオキシホスホン酸」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-ジオキシホスホン酸 ( $C_2H_8O_7P_2=206.03$ ) 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。

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

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

(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-ジオキシホスホン酸 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。

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

(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 $\mu$ 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面積から検液中のオクタン酸の濃度( $\mu$ 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 $\mu$ 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。

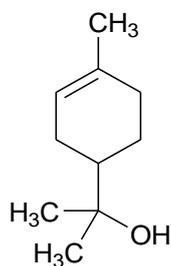
- 確認試験** (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。
- (2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。
- (3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

**pH** 4.0～7.5

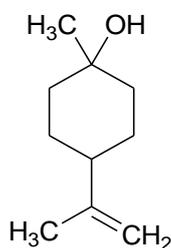
**定 量 法** 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=0.7990mg Br

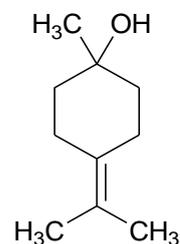
テルピネオール  
Terpineol



$\alpha$ -テルピネオール



$\beta$ -テルピネオール



$\gamma$ -テルピネオール

$C_{10}H_{18}O$

分子量154.25

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-ol ( $\alpha$ -terpineol), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexan-1-ol ( $\beta$ -terpineol) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexan-1-ol ( $\gamma$ -terpineol)

**含量** 本品は、テルピネオール ( $C_{10}H_{18}O$ ) 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~~3390 $cm^{-1}$ 、2965 $cm^{-1}$ 、2925 $cm^{-1}$ 、~~2835~~2835 $cm^{-1}$ 、~~1385~~1385 $cm^{-1}$ 、1377 $cm^{-1}$ 、1150 $cm^{-1}$ 及び1135 $cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.482 \sim 1.484$

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.932 \sim 0.938$

**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 ( $C_{10}H_{18}O$ ) 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- $p$ -フェニレンジアミン硫酸塩1.1g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0.2g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、25w/v%硫酸8mLを加えて混合した後、水を加えて1000mLとする。

**ME S緩衝液 (0.05mol/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9.8g及び塩化ナトリウム17.5gを量り、水900mLを加えて溶かし、30w/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1.5mL0.75gを加え、pH6.0に調整した後、水を加えて1000mL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  $2230\text{cm}^{-1}$ 、 $1625\text{cm}^{-1}$ 、 $1587\text{cm}^{-1}$ 、 $1201\text{cm}^{-1}$ 、 $1155\text{cm}^{-1}$ 及び $840\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

融点 115~119°C

定量法 本品約20mg及び1, 4-B TMS B -  $d_4$ 約4mgをそれぞれ精密に量り、重水素化アセトニトリル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 $^1\text{H}$ NMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B -  $d_4$ のシグナルを $\delta$  0.230ppmとし、 $\delta$  3.40~3.803.17~3.57ppm、 $\delta$  6.436.20ppm及び $\delta$  8.288.05ppm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、 $(A_1/6)/A_2$ 、 $(A_1/6)/A_3$ 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

$^{13}\text{C}$ 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 -5~15ppmを含む20ppm以上

パルス角  $90^\circ$

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

$\alpha$ -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) 5mL、酢酸ナトリウム試液 (1mol/L) 20mL及び塩化ナトリウム試液 (2mol/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 (2mol/L) 5mL、pH6.0の酢酸緩衝液 (1mol/L) 2mL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 (1mol/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0.75mL~~ 0.75 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  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (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 g~~ 0.75 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 (4mol/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 (1mol/L、pH5.0) 500mLに水3.5Lを加え、更に30w/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7.5mL7.5g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1.0g及び塩化カルシウム二水和物0.74gを量り、水を加えて溶かし、pH5.5の酢酸緩衝液(1mol/L)10mL及びを加え、更に9w/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10mL10gを加える。塩酸試液(2mol/L)又は水酸化ナトリウム試液(1mol/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]  $C_6H_{14}O$  [108-20-3]

**ジフェニルエーテル**  $C_{12}H_{10}O$  [101-84-8]

本品は、無色の結晶で、特異なおいがある。

沸点 254~259°C

融点 25~28°C

純度試験 類縁物質 本品1.0gを酢酸エチル100mLに溶かし、検液とする。検液1mL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0.5μL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**  $C_{12}H_{22}O_{11}$  [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**  $C_{18}H_{30}O_3S$  [27176-87-0]

本品は、白色の粉末又は塊である。

確認試験 (1) 本品1g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)1mL及び塩化バリウム二水和物溶液(1→10)1mL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2920 $cm^{-1}$ 、1180 $cm^{-1}$ 、1130 $cm^{-1}$ 、1040 $cm^{-1}$ 及び1010 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) ドデシルベンゼン  $C_{12}H_{26}$   $C_6H_5$ として0.1%以下

本品0.5g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)5mL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0.1g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5μL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—180~250 $\mu$ 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のガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度—150 $^{\circ}$ C~~

~~注入口温度—200 $^{\circ}$ 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 $\mu$ L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 $\mu$ 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—25 $^{\circ}$ 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1g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 (C<sub>18</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>S) 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<sup>-1</sup>、2920cm<sup>-1</sup>、2850cm<sup>-1</sup>、1465cm<sup>-1</sup>、1345cm<sup>-1</sup>、1164cm<sup>-1</sup>、1096cm<sup>-1</sup>、1006cm<sup>-1</sup>、895cm<sup>-1</sup>及び570cm<sup>-1</sup>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0.6g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 C<sub>18</sub>H<sub>30</sub>O<sub>3</sub>S~~

**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6.19g、塩化ナトリウム5.66g、クエン酸一水和物19.80g、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用いる。

**ピリメタニル、定量用** C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub> [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 (C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>) 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<sup>-1</sup>、1588cm<sup>-1</sup>、1496cm<sup>-1</sup>、1251cm<sup>-1</sup>、757cm<sup>-1</sup>及び715cm<sup>-1</sup>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 - d<sub>4</sub>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<sup>1</sup>H NMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナルをδ 0.230ppmとし、δ 2.322.09ppm、δ 6.566.33ppm、δ 6.80~7.406.57~7.17ppm及びδ 7.667.43ppm付近のシグナルの面積強度をそれぞれA<sub>1</sub> (水素数6に相当)、A<sub>2</sub> (水素数1に相当)、A<sub>3</sub> (水素数3に相当)、A<sub>4</sub> (水素数2に相当) とするとき、(A<sub>1</sub>/6) / A<sub>2</sub>、(A<sub>1</sub>/6) / (A<sub>3</sub>/3)、(A<sub>1</sub>/6) / (A<sub>4</sub>/2)、A<sub>2</sub> / (A<sub>3</sub>/3)、A<sub>2</sub> / (A<sub>4</sub>/2) 及び (A<sub>3</sub>/3) / (A<sub>4</sub>/2) がそれぞれ1.0となることを確認する。1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナルの面積強度を18.00としたときのA<sub>1</sub>、A<sub>2</sub>、A<sub>3</sub>及びA<sub>4</sub>の和をIとし、水素数の和をN、1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>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 (C<sub>12</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>) 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

<sup>13</sup>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 -5~15ppm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

0.60 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0.6mL0.60 gを加えて混和する。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) 酢酸カルシウム二水和物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7.5mL7.5 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）** C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> [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<sup>-1</sup>、1470cm<sup>-1</sup>、1380cm<sup>-1</sup>及び730cm<sup>-1</sup>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<sup>-1</sup>、1346cm<sup>-1</sup>、1281cm<sup>-1</sup>、1245cm<sup>-1</sup>、1115 cm<sup>-1</sup>、949cm<sup>-1</sup>及び845cm<sup>-1</sup>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。

30 w / 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 30 w / 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 $2950\text{cm}^{-1}$ 、 $2830\text{cm}^{-1}$ 、 $1450\text{cm}^{-1}$ 、 $1030\text{cm}^{-1}$ 及び $660\text{cm}^{-1}$ 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、 $20^{\circ}\text{C}$ )

水分 0.05%以下 (10 g、電量滴定)

吸光度  $210\text{nm}$  : 0.25以下、 $230\text{nm}$  : 0.04以下及び $240\text{nm}$  : 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、  
 $210\text{nm}$  : 0.60以下、 $230\text{nm}$  : 0.15以下、 $240\text{nm}$  : 0.06以下及び $260\sim 400\text{nm}$  : 0.01以下である。

**ヨードメタン、定量用**  $\text{CH}_3\text{I}$  [~~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 $42.2\sim 42.6^{\circ}\text{C}$ の留分をとる。

含量 本品は、ヨウ化メチル ( $\text{CH}_3\text{I}$ ) 98.0%以上を含む。

比重  $d_{25}^{25}=2.27\sim 2.28$

純度試験 本品 1  $\mu\text{L}$ 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  $\mu\text{L}$ 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  $\text{CH}_3\text{I}$

**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）