

- 1 1. 新たに成分規格を設定する 3 品目
 2 カワラヨモギ抽出物、セイヨウワサビ抽出物、チャ抽出物
 3
 4 2. 成分規格を改正する 1 品目
 5 カラメルⅢ
 6

7 成分規格案

- 8 1. 新たに成分規格を設定する品目
 9

11 カワラヨモギ抽出物

12 Rumpu Roman Extract

14 **定 義** 本品は、カワラヨモギ (*Artemisia capillaris* Thunb.) の全草から得られた、カピリンを
 15 主成分とするものである。

16 **含 量** 本品を乾燥物換算したものは、カピリン ($C_{12}H_{18}O = 168.19$) を 0.5~5.0% 含む。

17 **性 状** 本品は、黄~黄褐色又は緑~暗緑色の液体で、特異なにおいがある。

18 **確認試験** 本品をかくはんし、その 2 g を量り、減圧下、40℃で乾固し、メタノール 2.0 mL を加えて
 19 よく混合した後、メンブランフィルター (孔径 0.45μm) でろ過し、検液とする。検液及び定量法の
 20 標準液をそれぞれ 1 μL ずつ量り、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、
 21 検液には、標準液の主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

22 **純度試験** (1) 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)

23 (2) 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)

24 **乾燥減量** 85.0~99.8% (10 g、水浴上で 30 分間乾燥後、105℃、5 時間)

25 **強熱残分** 2.0% 以下 (乾燥物換算、乾燥物として 1~2 g になるように試料を採取)

26 **定 量 法** 本品をかくはんし、その約 2 g を精密に量り、減圧下、40℃で乾固し、定量用内標準液 2
 27 mL を正確に加えてよく混合した後、メンブランフィルター (孔径 0.45μm) でろ過し、検液とする。
 28 ただし、定量用内標準液は、定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル約 50 mg を精密に量り、メタノール
 29 で正確に 100 mL としたものとす。別にカピリン 5 mg を量り、メタノールを加えて 10 mL とし、
 30 標準液とする。検液、定量用内標準液及び標準液をそれぞれ 1 μL ずつ量り、次の操作条件でガスク
 31 ロマトグラフィーを行う。検液につき、*p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びカピリンのピーク面積
 32 A_H 及び A_C を測定し、次式によりカピリンの含量を求め。ただし、検液中の *p*-ヒドロキシ安息
 33 香酸メチル及びカピリンは、定量用内標準液及び標準液との保持時間の比較により同定する。

34 カピリン ($C_{12}H_{18}O$) の含量 (%)

$$= \frac{C_H}{C_T} \times \frac{A_C}{A_H} \times \frac{MW_C}{MW_H} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

35 ただし、 C_H : 検液中の定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの濃度 (mg/mL)

36 C_T : 検液中の乾燥物換算した試料の濃度 (mg/mL)

37 MW_H : *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの分子量 (152.15)

38 MW_C : カピリンの分子量 (168.19)

39 RMS : カピリンの *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルに対する相対モル感度 (1.70)

1 P : 定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの純度 (%)

2 操作条件

3 検出器 水素炎イオン化検出器

4 カラム 内径0.25mm、長さ30m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5%

5 ジフェニル95%ジメチルポリシロキサンを0.25 μ mの厚さで被覆したもの

6 カラム温度 70 $^{\circ}$ Cで4分間保持した後、毎分5 $^{\circ}$ Cで320 $^{\circ}$ Cまで昇温し、320 $^{\circ}$ Cを10分間保持する。

7 注入口温度 250 $^{\circ}$ C

8 検出器温度 330 $^{\circ}$ C

9 キャリヤーガス ヘリウム

10 流量 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びカピリンのピークが他のピークと分離し、*p*-ヒドロ

11 キシ安息香酸メチルの保持時間が約20分、カピリンの保持時間が約26分になるように調整する。

12 注入方式 スプリット

13 スプリット比 1 : 3

14
15 【試薬・試液】

16 カピリン C₁₂H₈O [495-74-9]

17 本品は、白～黄褐色の粉末で、特異なおいがある。

18 定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用を見よ。

19 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用 C₈H₈O₃ [99-76-3]

20 本品は、無～白色の結晶又は粉末である。

21 以下の定量法で求めた含量 (%) を本品の純度 (%) として用いる。

22 含量 98.0%以上

23 融点 125～129 $^{\circ}$ C

24 定量法 本品約10mg及び1, 4-B TMS B-d₄約1mgをそれぞれ精密に量り、重水素化アセト
25 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
26 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
27 B-d₄のシグナルを δ 0ppmとし、 δ 3.57ppm付近のシグナル面積強度をA(水素数3に相当)と
28 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AをIとし、水素数
29 をN、1, 4-B TMS B-d₄の純度をP (%)とし、次式により*p*-ヒドロキシ安息香酸メチ
30 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らないこと
31 を確認する。

$$p\text{-ヒドロキシ安息香酸メチル (C}_8\text{H}_8\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 0.6717$$

32 ただし、M_S : 1, 4-B TMS B-d₄の採取量 (mg)

33 M_T : 試料の採取量 (mg)

34 操作条件

35 デジタル分解能 0.25Hz以下

36 スピニング オフ

37 ¹³C核デカップリング あり

38 取り込み時間 4秒以上

- 1 観測スペクトル幅 - 5 ~ 15ppm を含む 20ppm 以上
- 2 パルス角 90°
- 3 繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上
- 4 ダミースキャン 1 回以上
- 5 積算回数 8 回以上
- 6 測定温度 20 ~ 30°C の一定温度
- 7

1 セイヨウワサビ抽出物
2 Horseradish Extract
3 ホースラディッシュ抽出物
4

5 **定 義** 本品は、セイヨウワサビ (*Armoracia rusticana* G. Gaertn., B. Meyer et Scherb) の根
6 から得られた、イソチオシアナートを主成分とするものである。

7 **含 量** 本品は、イソチオシアン酸アリル (C₄H₅NS=99.15) 70.0%以上を含む。

8 **性 状** 本品は、淡黄～淡褐色の澄明な液体で、わさびのような強い刺激性のにおいがある。

9 **確認試験** 本品0.15gを量り、シクロヘキサン20mLを加えて検液とする。定量用イソチオシアン酸
10 アリル、イソチオシアン酸sec-ブチル及びイソチオシアン酸3-ブテニルをそれぞれ0.15gずつ
11 量り、シクロヘキサンを20mLずつ加えてそれぞれ標準液A、B及びCとする。検液及び標準液A
12 をそれぞれ0.5μLずつ量り、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ただし、カラム
13 温度は、80℃で注入し、毎分4℃で250℃まで昇温する。このとき、検液の主ピークは、標準液A
14 の主ピークと保持時間が一致する。また、本品、標準液B及び標準液Cそれぞれ0.5μLずつを量
15 り、同様の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、本品には標準液B及び標準液
16 Cの主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

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

18 本品を量り、液体が見えなくなるまで約150℃で加熱する。残留物に塩酸(1→4)10mLを加
19 えて蒸発乾固する。残留物に硝酸(1→100)5mLを加え、加温する。冷後、更に硝酸(1→
20 100)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
21 加えて正確に10mLとし、比較液とする。

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

23 **定 量 法** 本品約0.15gを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正
24 確に20mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、デカン・シクロヘキサン溶液(1→100)とす
25 る。別に、定量用イソチオシアン酸アリル約0.15gを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えた
26 後、シクロヘキサンを加えて正確に20mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ1μLず
27 つ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液におけるデカンのピー
28 ク面積に対するイソチオシアン酸アリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求め、次式により含量を
29 求める。

$$\text{イソチオシアン酸アリル(C}_4\text{H}_5\text{NS)の含量(\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

30 ただし、M_T：試料の採取量(g)

31 M_S：定量用イソチオシアン酸アリルの採取量(g)

32 操作条件

33 検出器 水素炎イオン化検出器

34 カラム 内径0.25mm、長さ60m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
35 ルポリシロキサンを0.25μmの厚さで被覆したもの

36 カラム温度 80℃で注入し、毎分4℃で180℃まで昇温する。

37 注入口温度 100℃

38 検出器温度 250℃

- 1 キャリヤーガス ヘリウム
- 2 流量 イソチオシアン酸アリの保持時間が7～8分になるように調整する。
- 3 注入方式 スプリット
- 4 スプリット比 1 : 50
- 5 測定時間 30分
- 6

- 1 **定量用没食子酸エチル** 没食子酸エチル、定量用を見よ。
- 2 **没食子酸エチル、定量用** $C_9H_{10}O_5$ 本品は白～微褐色の粉末である。
- 3 含量 本品を乾燥したものは、没食子酸エチル ($C_9H_{10}O_5=198.17$) 98.0%以上を含む。
- 4 確認試験 本品のエタノール (95) 溶液 (1→50) 5 mL に塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物溶液 (1→500) 1
- 5 滴を加えるとき、液は、紫色を呈する。
- 6 融点 149～154℃
- 7 乾燥減量 1.0%以下 (105℃、3時間)
- 8 定量法 本品約 3.0 g を精密に量り、*N*, *N*-ジメチルホルムアミド/水混液 (4 : 1) 50 mL を加え
- 9 て溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。別に、
- 10 空試験を行い補正する。
- 11 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 198.17 mg $C_9H_{10}O_5$
- 12

2. 成分規格を改正する品目

カラメルⅢ

Caramel Ⅲ (Ammonia caramel)

カラメル

(略)

純度試験 (1) (略)

(2) (略)

(3) (略)

(4) (略)

(5) (略)

(6) (略)

(7) (略)

(8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 40 μ g/g 以下 (固形物換算)

(i) (略)

(ii) 操作法 本品 0.20~0.25 g を精密に量り、水 3 mL を加えて溶かし、試料液とする。試料液を組合わせカラムの上側の C に定量的に移す。C を水約 100 mL で洗浄する。上側の C を外し、A を下側の F に接続した後、F を塩酸溶液 (0.5 mol/L) で溶出する。最初の溶出液 10 mL を捨て、その後に溶出液 35 mL を集める。この溶液を 40 $^{\circ}$ C、2.0 kPa で乾燥状態まで濃縮する。このシロップ状の残留物をメタノール 0.25 mL で溶解し、2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 0.25 mL を加える。その反応混合物をセプタムキャップ付きのガラス瓶に移し室温で 5 時間保管し、検液とする。2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン約 10 mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 100 mL とする。この溶液をメタノールで希釈して、0 μ g/mL、20 μ g/mL、40 μ g/mL、60 μ g/mL、80 μ g/mL、0.1 mg/mL の標準液を調製する。検液及び標準液をそれぞれ 5 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のピーク面積を測定し、検量線を用いて 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾールの量を求める。ただし、2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.1 mg/mL は 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 47.58 μ g/mL に相当する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 385 nm)

カラム充填剤 ~~10~~ 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 常温 35 $^{\circ}$ C

移動相 リン酸 (17 \rightarrow 2500) / メタノール混液 ~~(1 : 1)~~ (7 : 3)

流量 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジンの保持時間が ~~6.3 \pm 0.1 分~~ 12~14 分 になるように調整する。