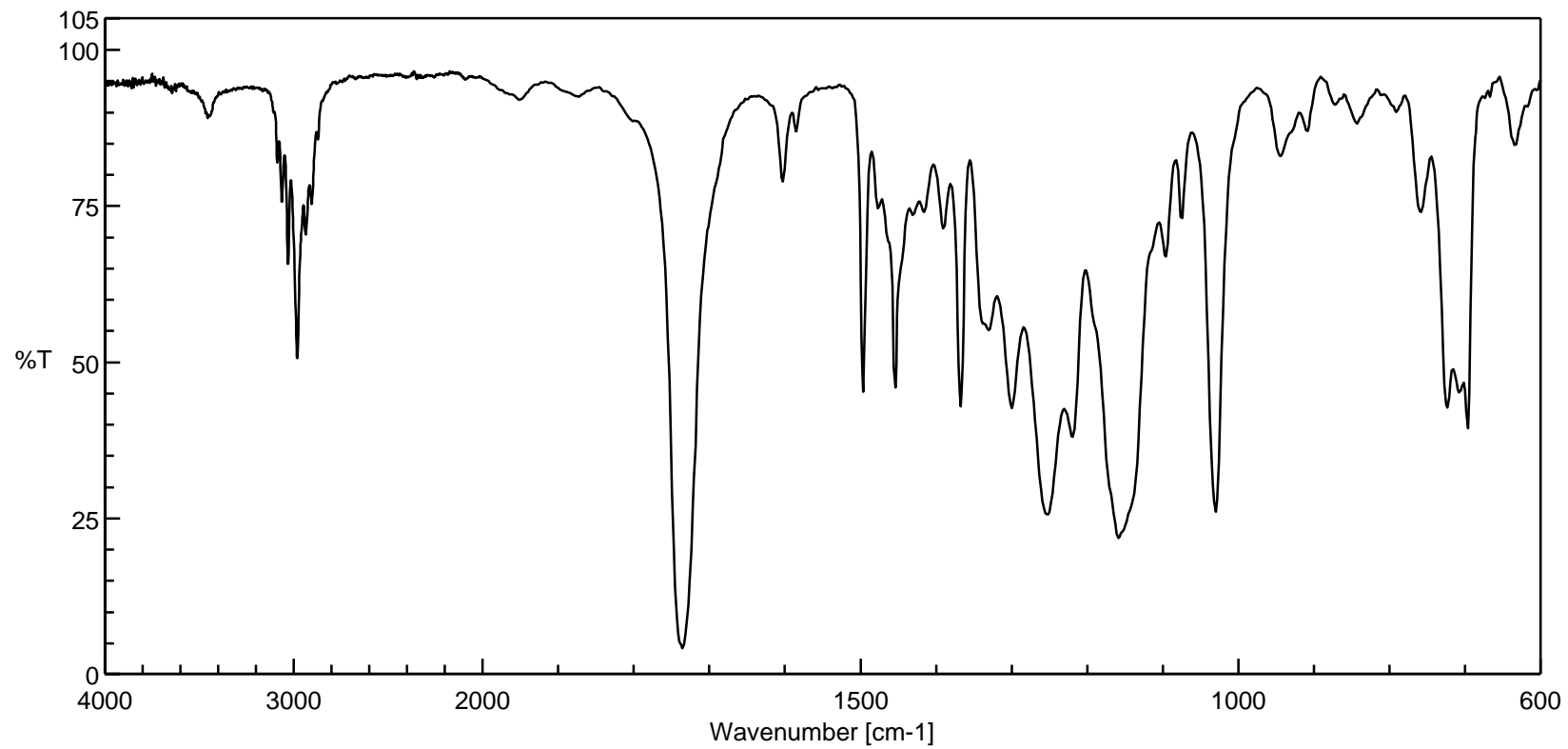
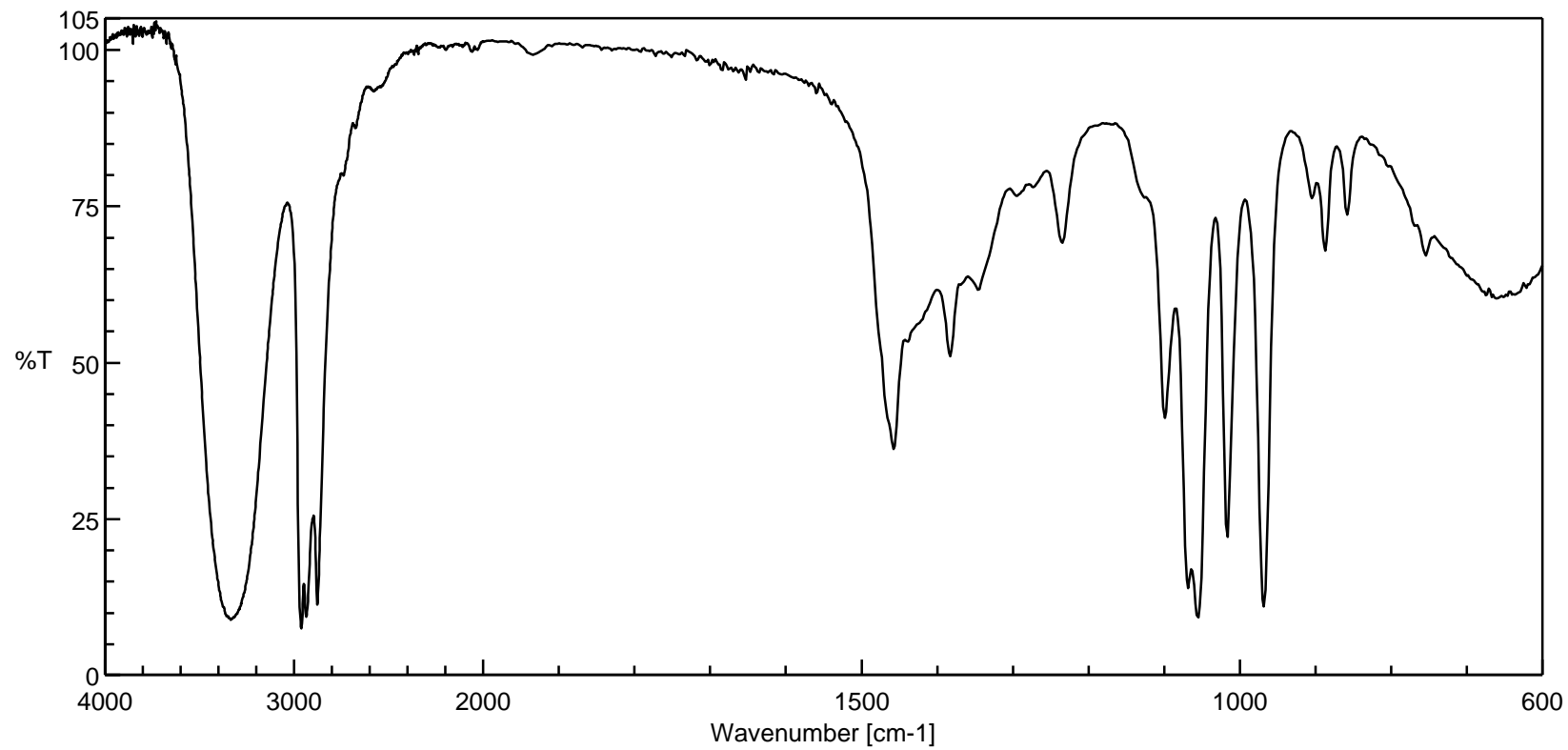


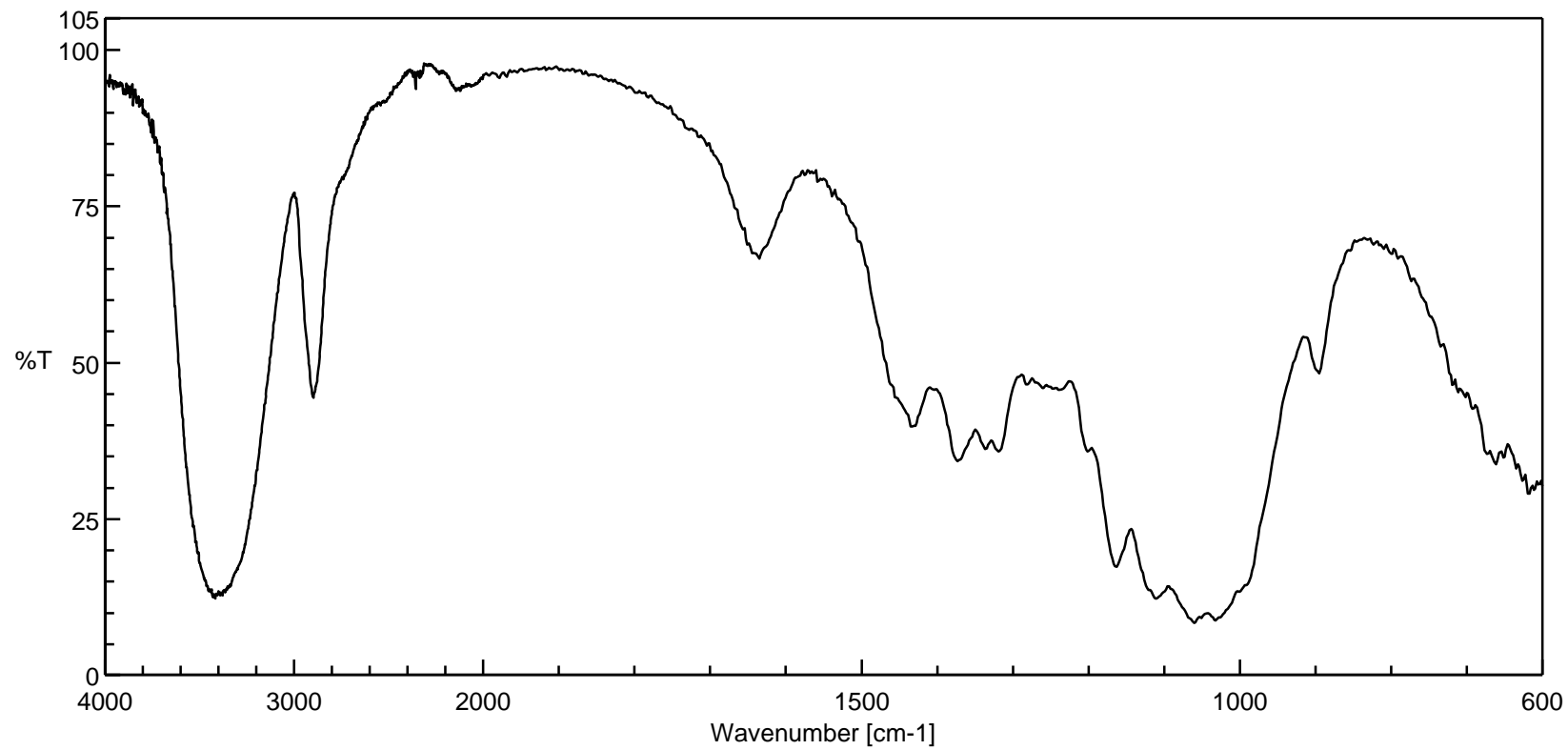
フェニル酢酸エチル



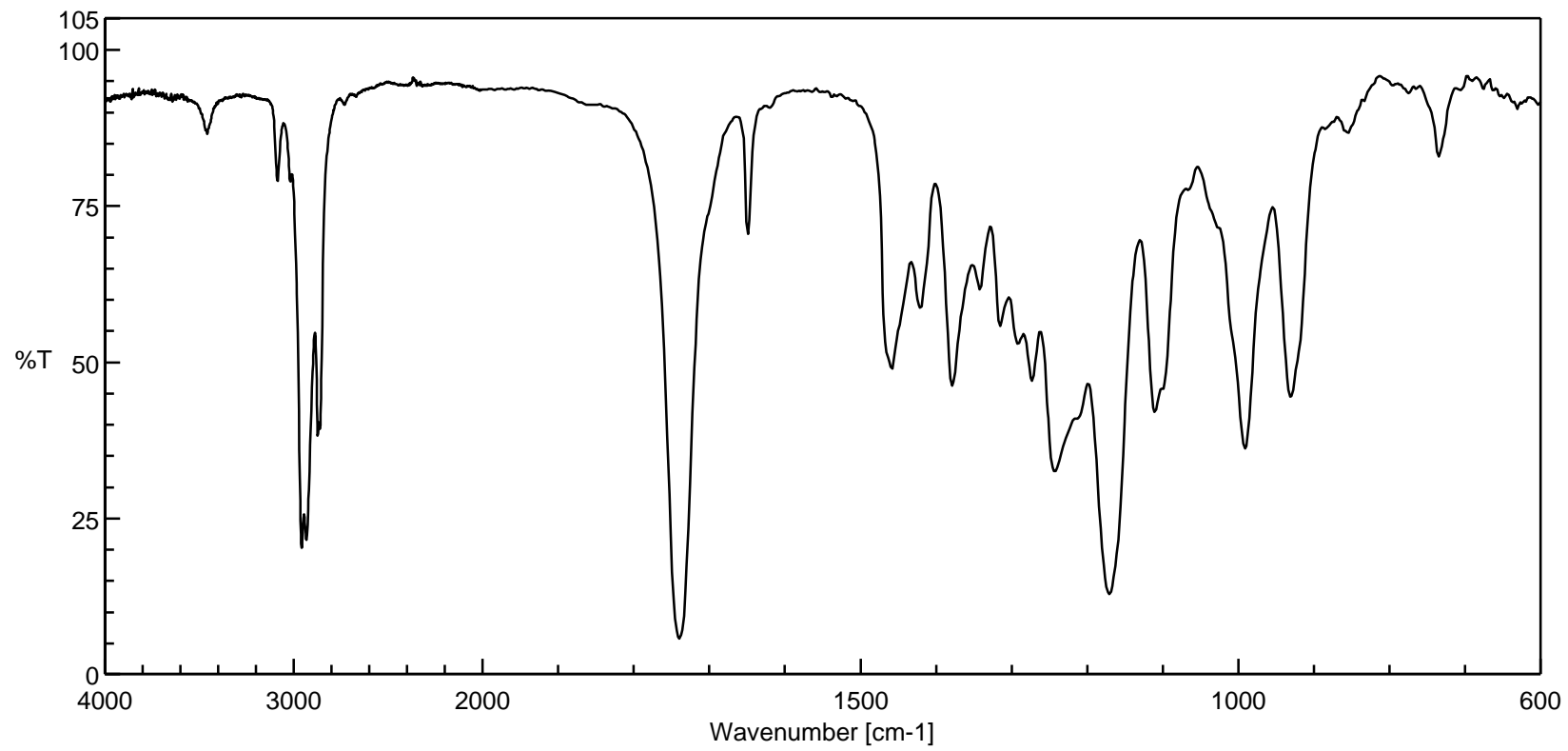
プロパノール



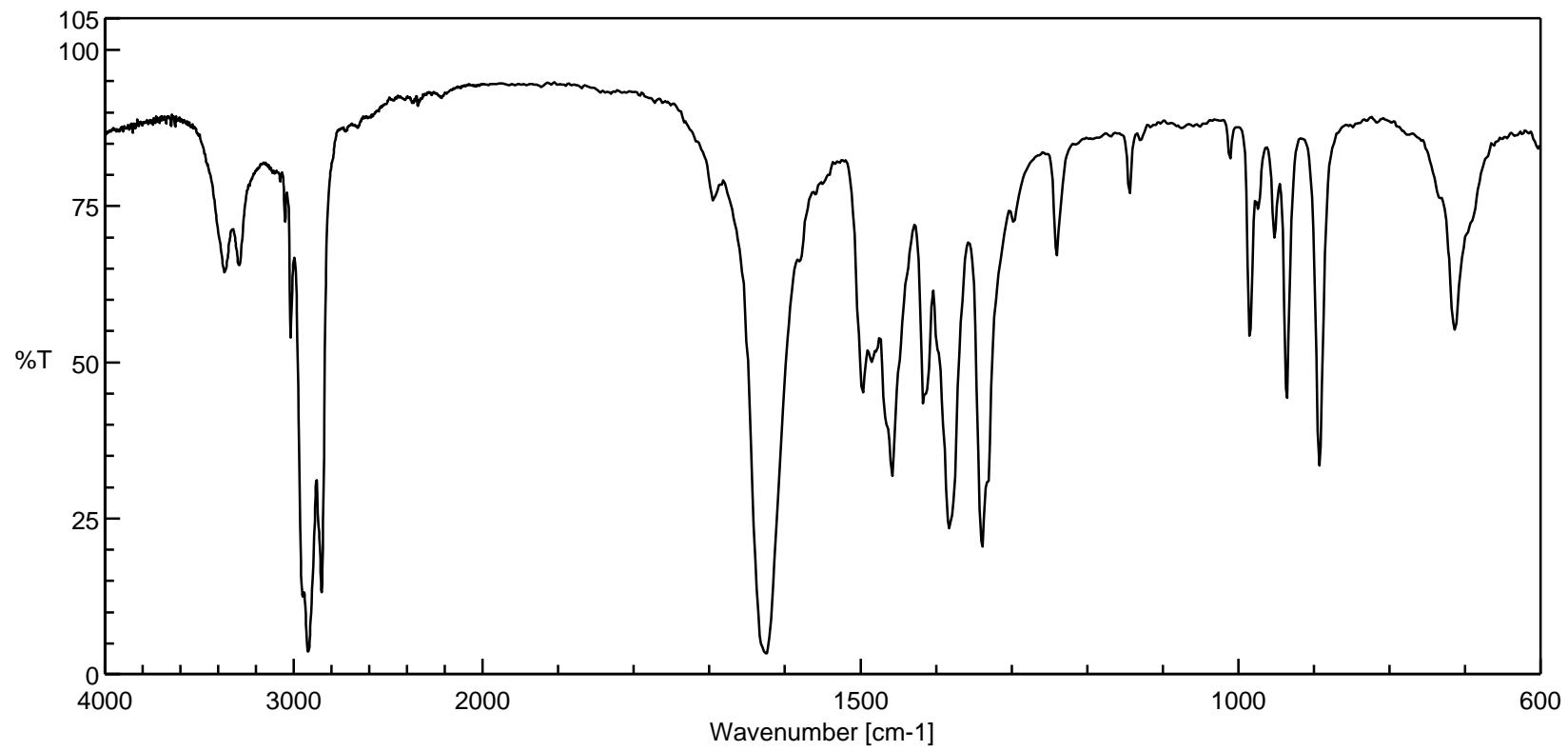
粉末セルロース



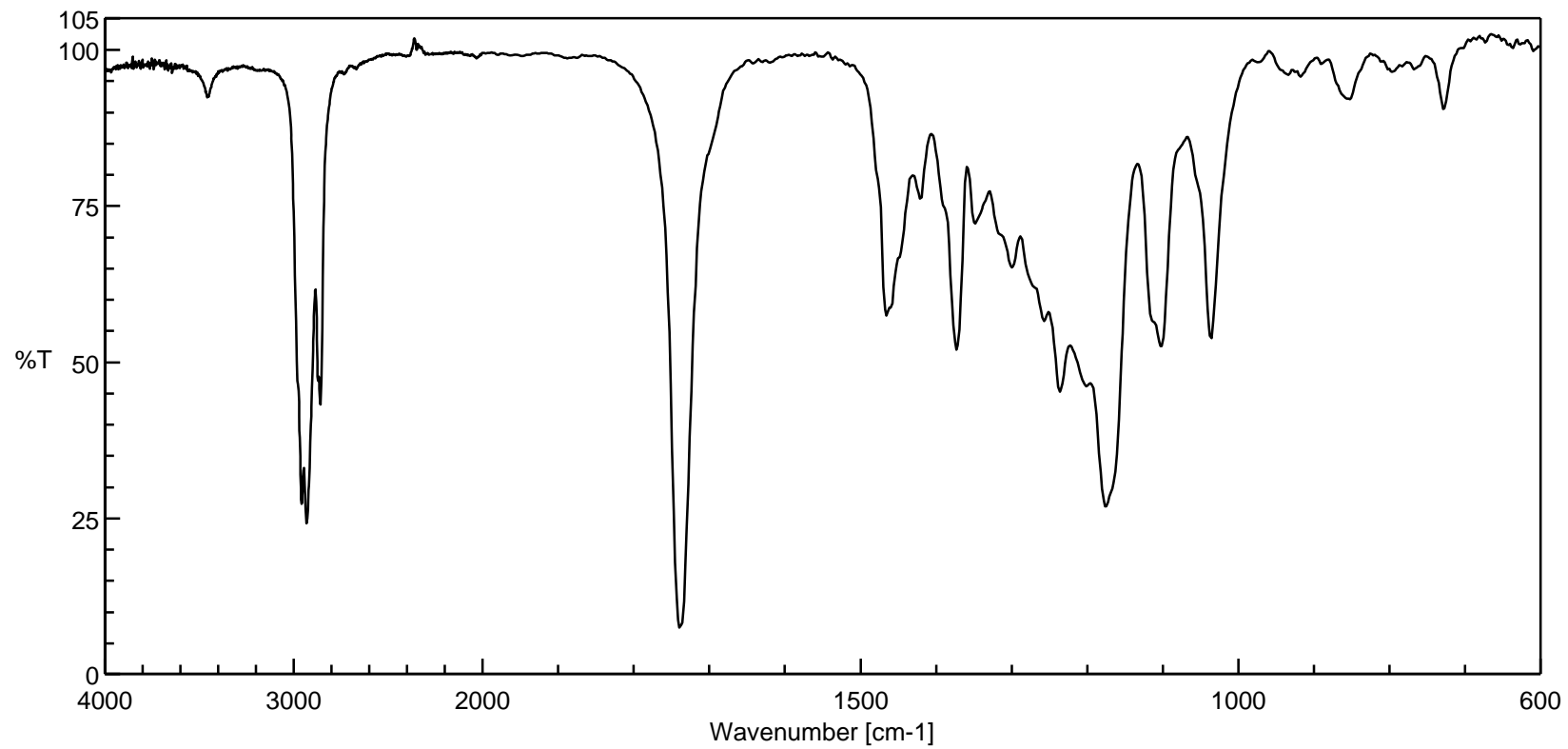
ヘキサン酸アリル



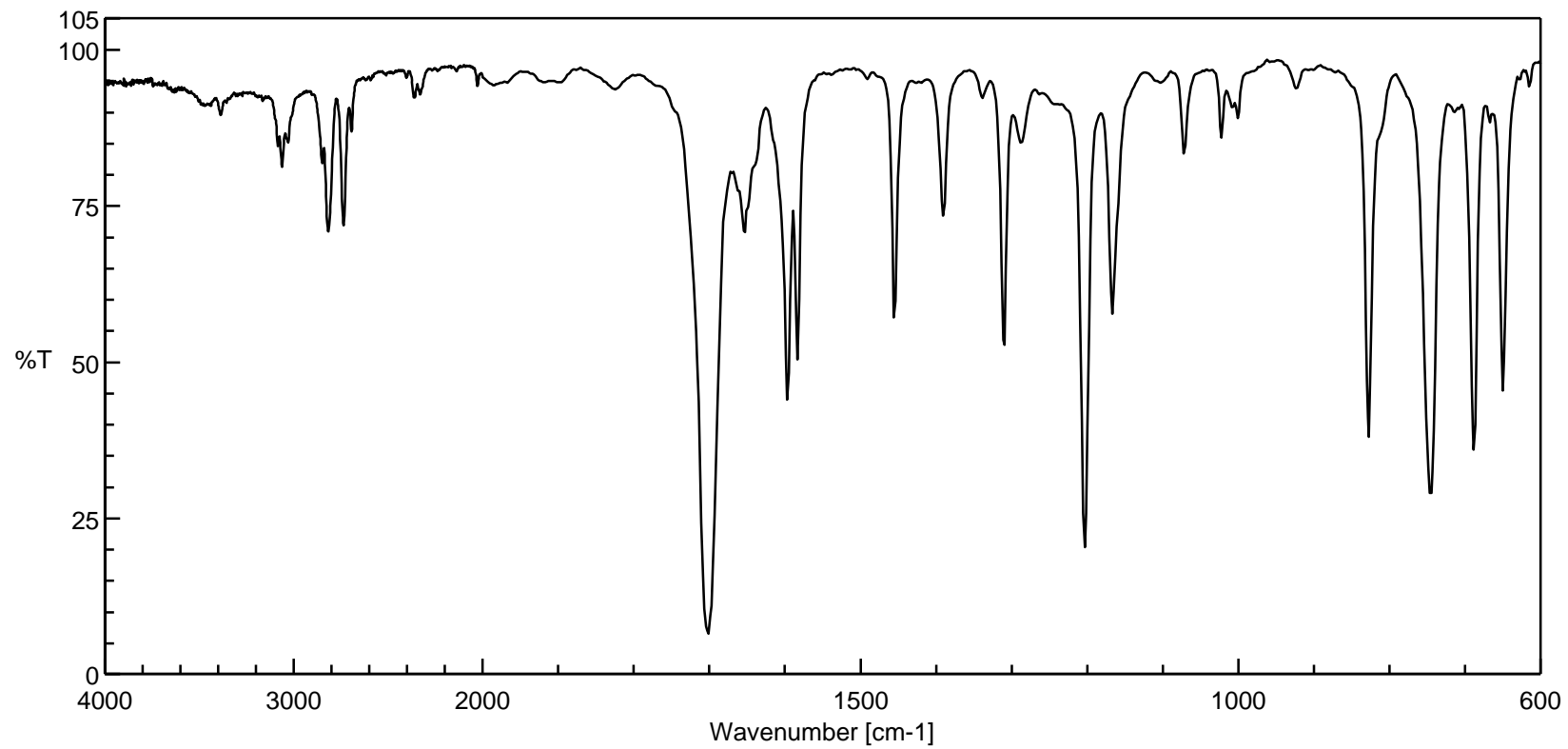
ベタイン



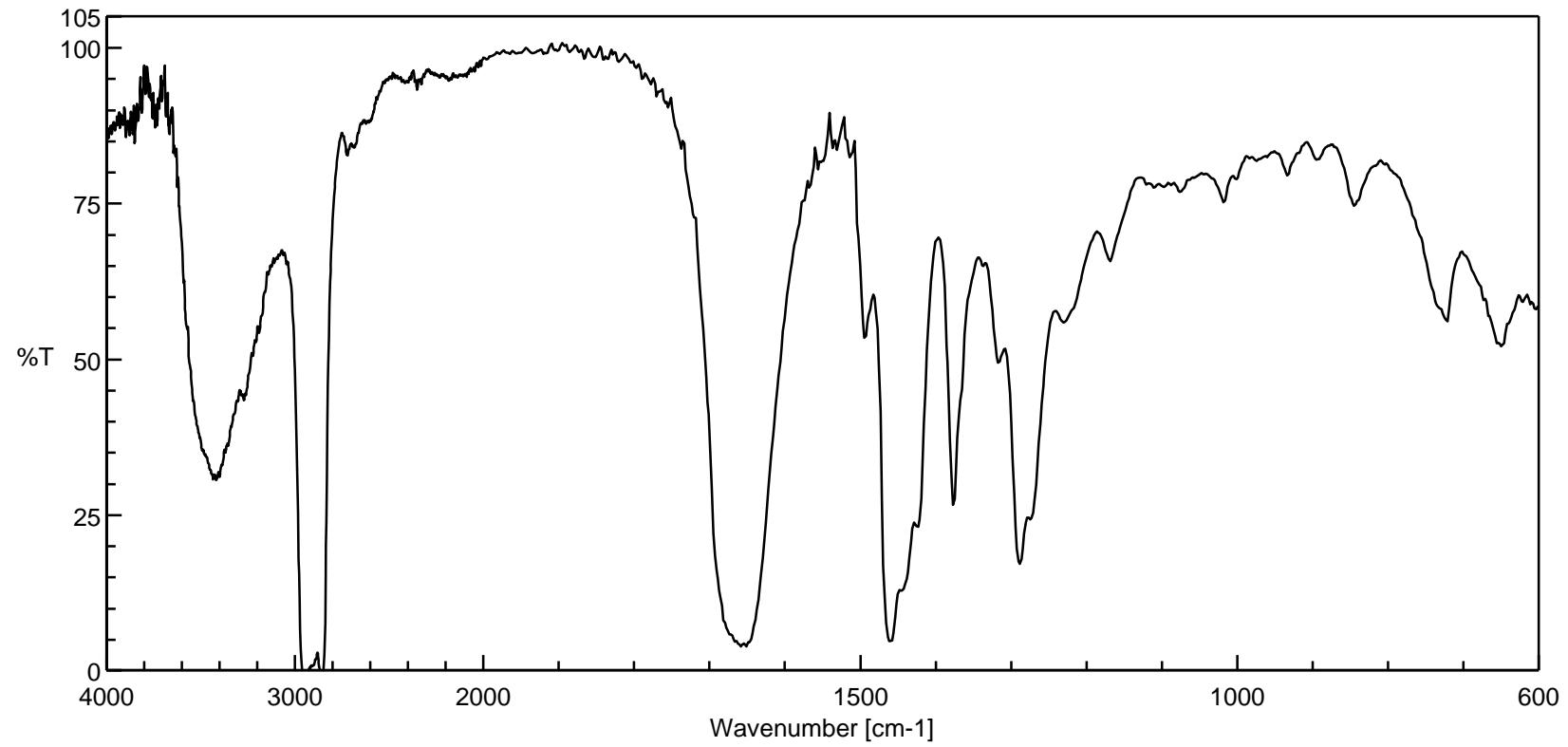
ヘプタン酸エチル



ベンズアルデヒド

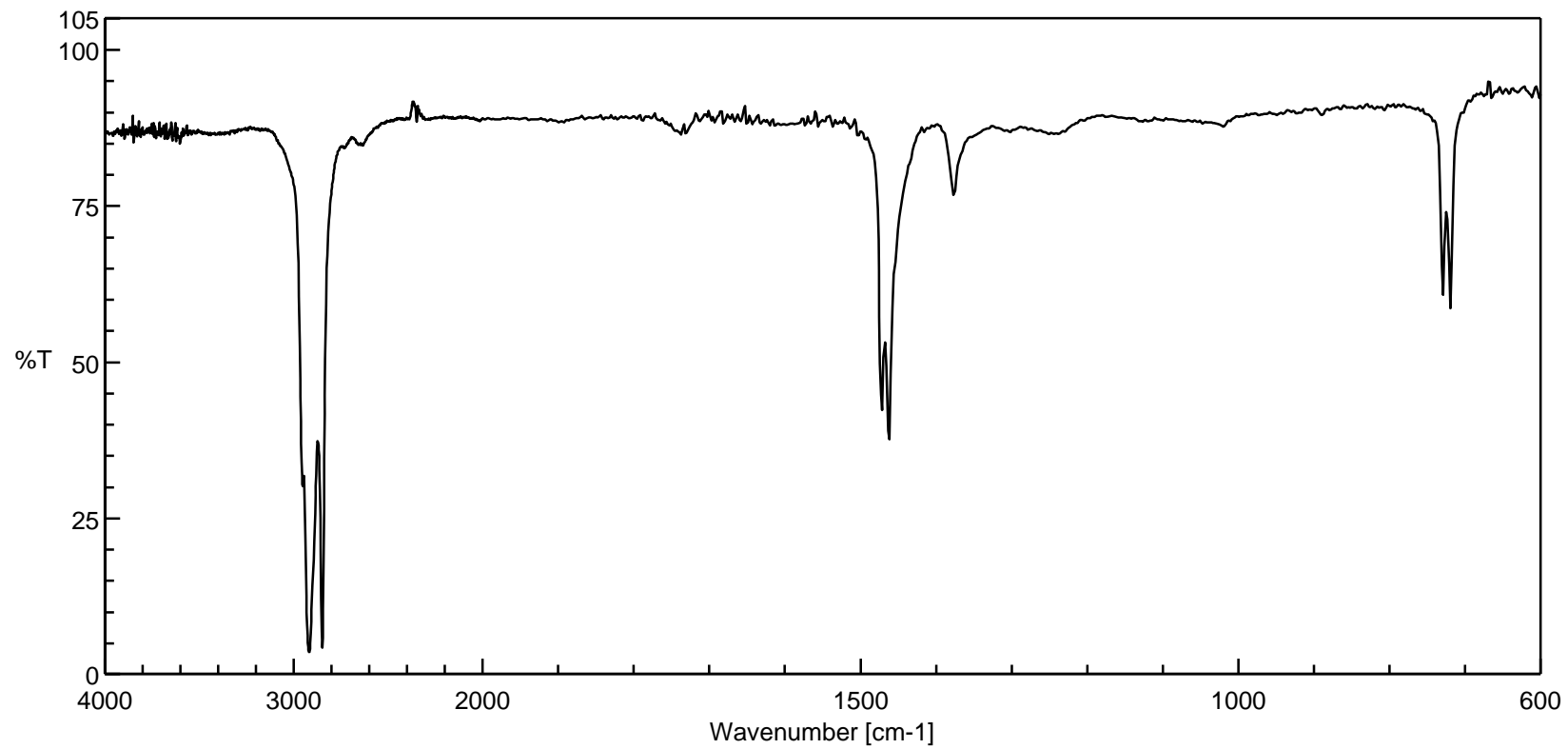


ポリビニルポリピロリドン

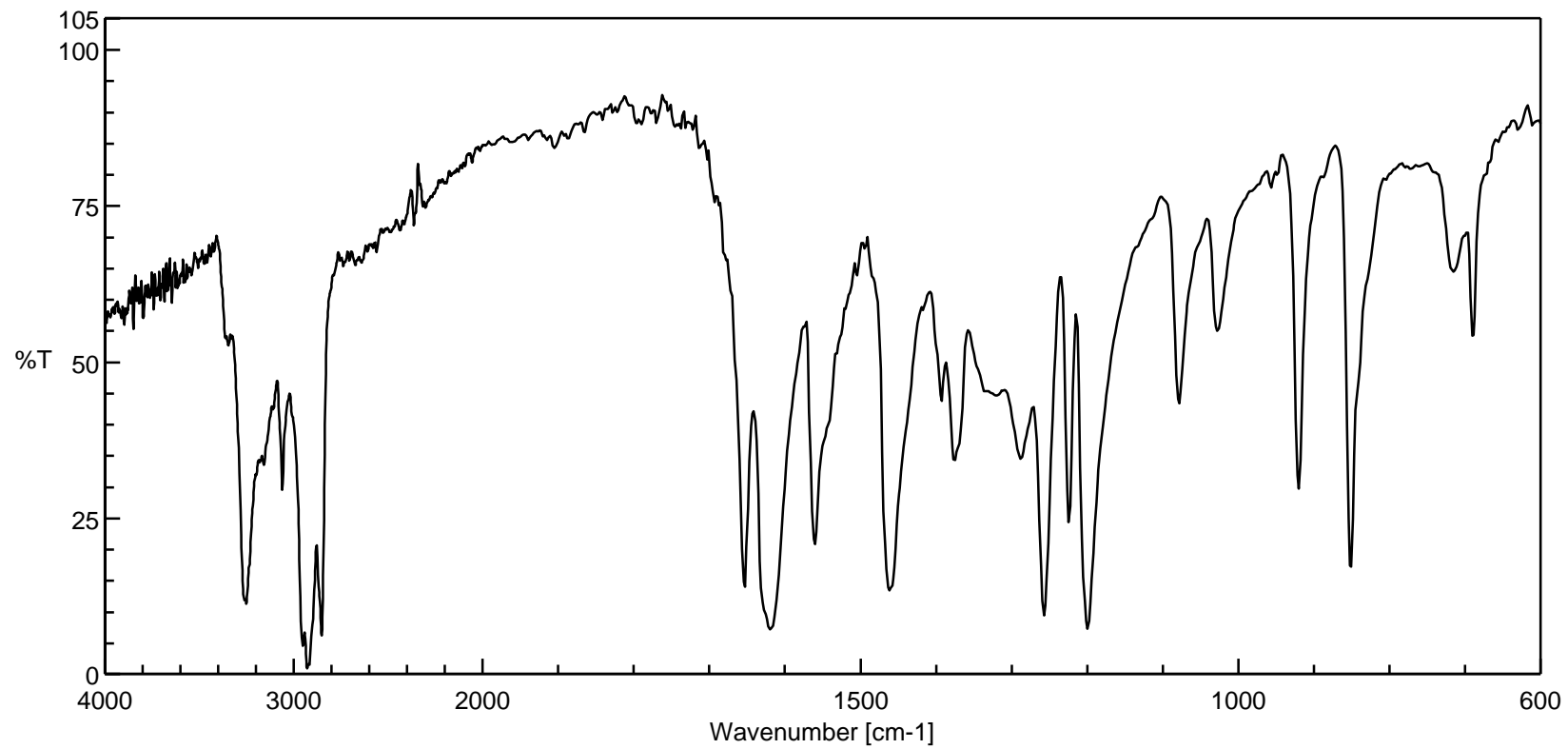




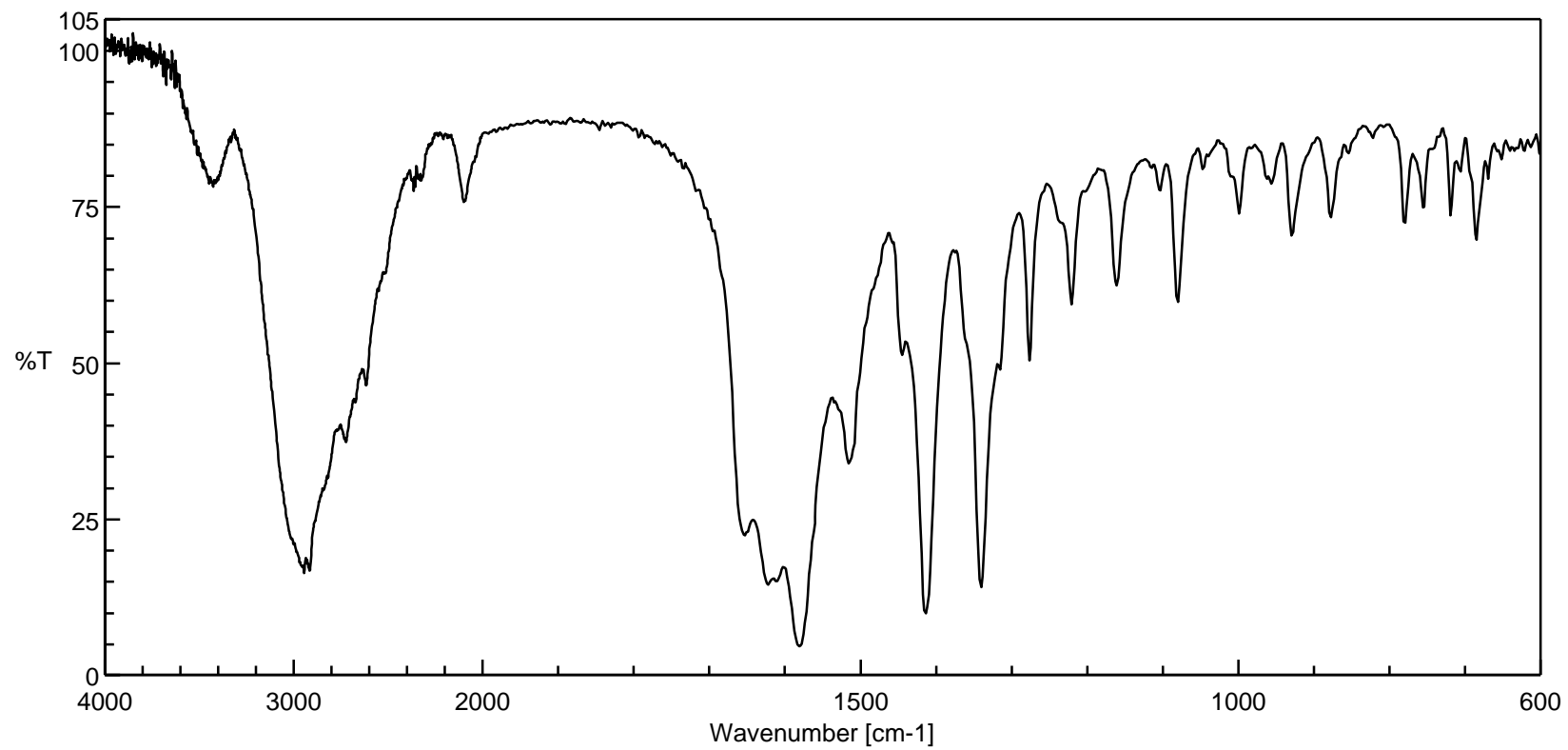
マイクロクリスタリンワックス



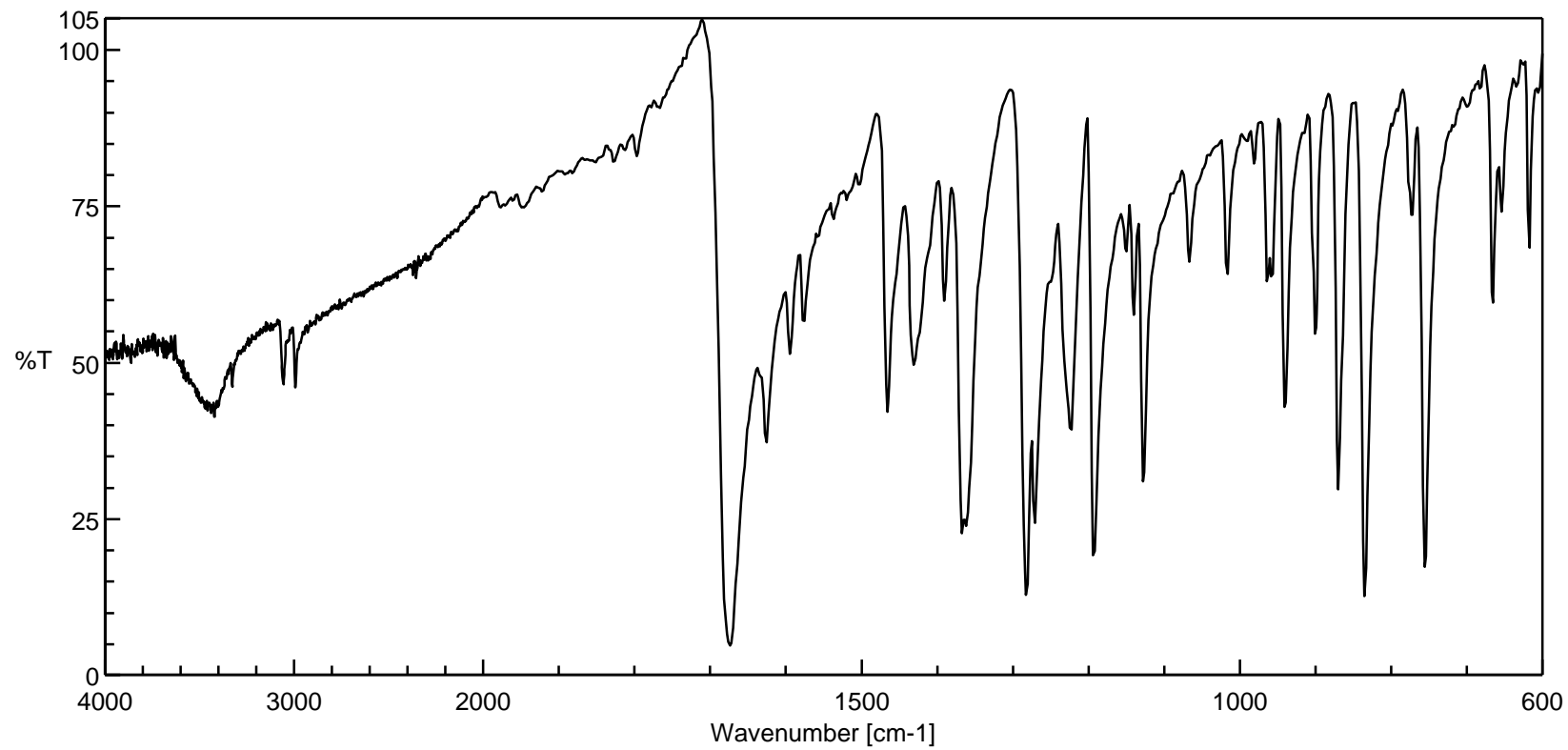
マルトール



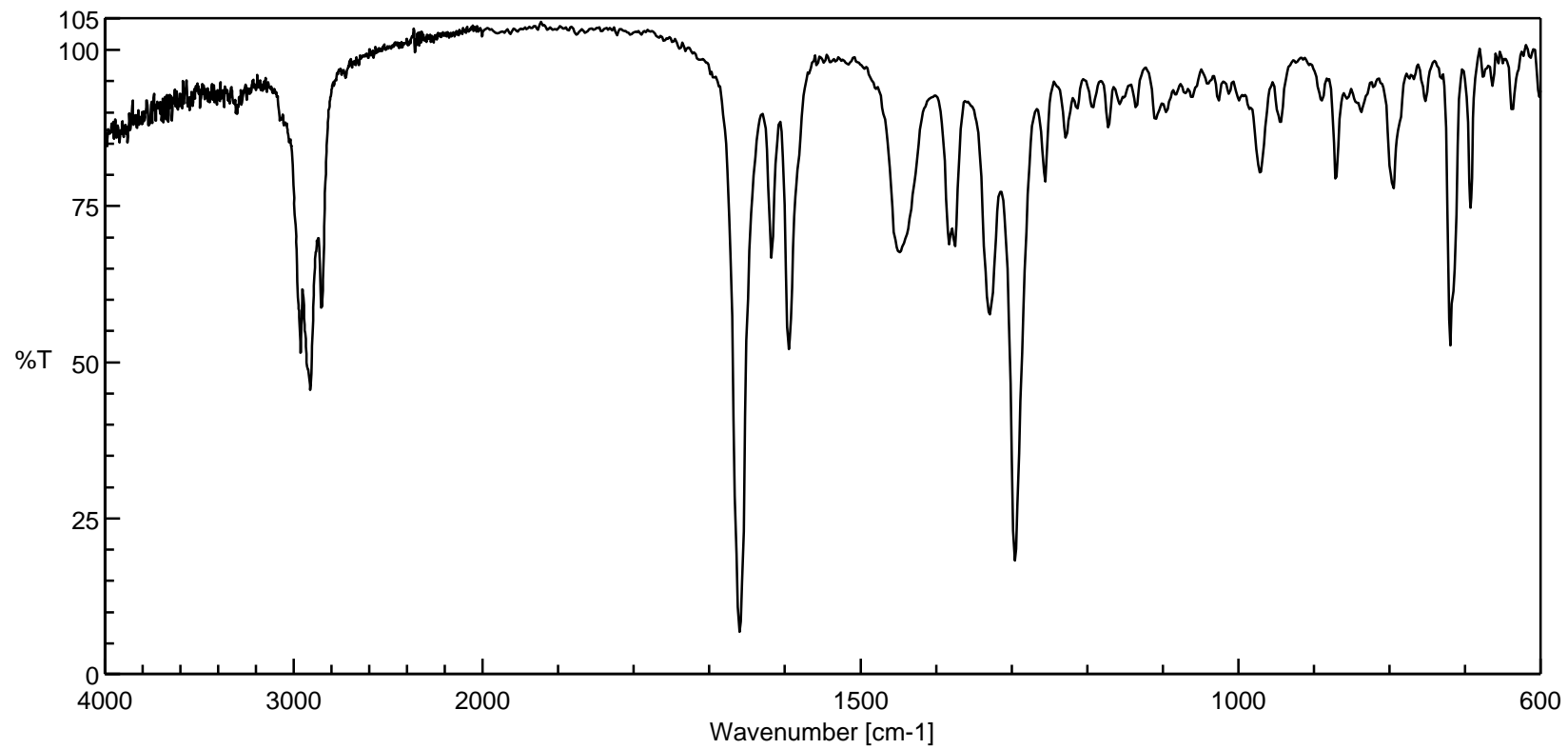
DL-メチオニン



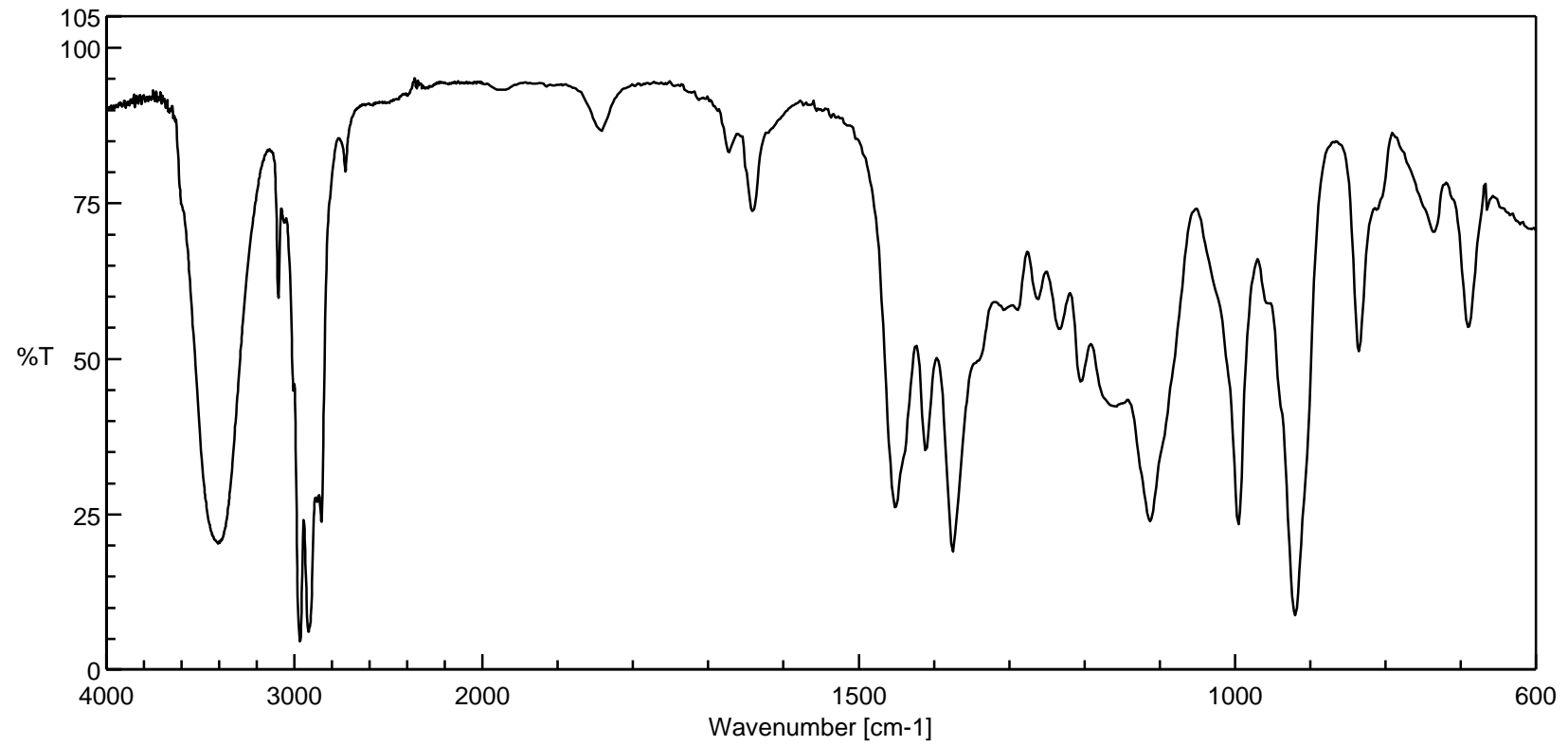
メチルβ-ナフチルケトン



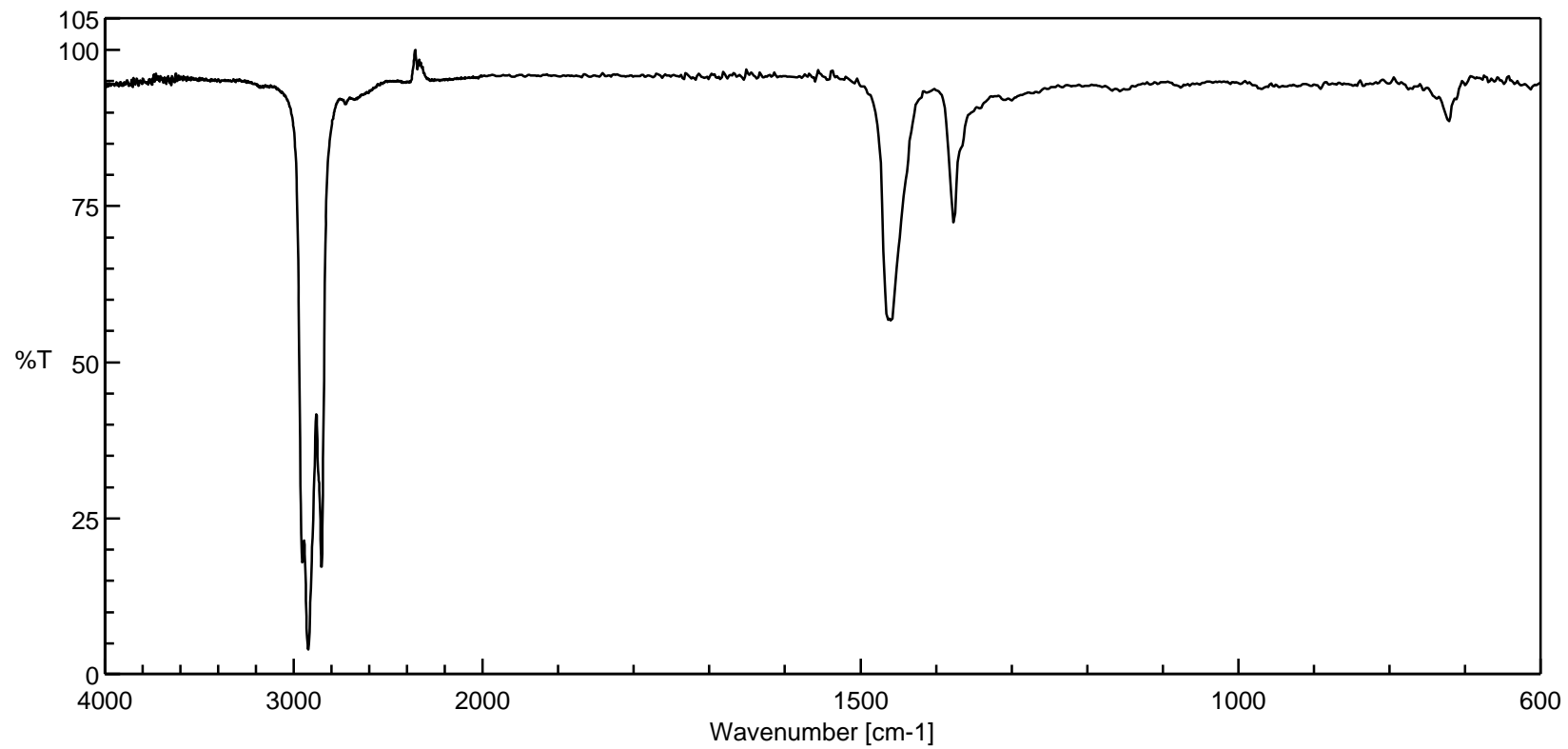
メナキノン



リナロオール



流動パラフィン



成分規格の新規収載等により追加される試薬・試液等



### ***N*-アセチルグルコサミン，定量用** C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>6</sub>

性状 白色の結晶性の粉末又は粉末である。

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

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

(2) 類縁物質 本品 0.1g を水 10ml に溶かし、検液とする。この液 1.5ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10  $\mu$ 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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「*N*-アセチルグルコサミン」の定量法を準用する。

乾燥減量 1.0%以下（105 ， 3 時間）

### **0.5% *p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液**

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。

**アミノ化ポリビニルアルコールゲル，液体クロマトグラフィー用** 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

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

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

### ***L*-アラビノース，定量用** C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>

性状 白色の結晶又は粉末である。

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

(2) 類縁物質 本品 1.0g を水 25ml に溶かし、検液とする。この液 1 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10  $\mu$ 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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「*L*-アラビノース」の定量法の操作条件を準用する。

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

### ***myo*-イノシト - ル，定量用**

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

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

純度試験 類縁物質 本品 0.2g を水 20ml に溶かし、検液とする。この液 1 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10  $\mu$ 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い、各ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピークの面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件 「*myo*-イノシトール」の定量法の操作条件を準用する。

**イミダゾール，水分測定用**  $C_3H_4N_2$  白色の結晶性の粉末で、水又はメタノールに極めて溶けやすい。

融点 89～92

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (313nm)：0.031以下(8g，水，100ml)。

本品1ml中の水分は1mg以下とする。

**液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル** アミノ化ポリビニルアルコールゲル，液体クロマトグラフィー用を見よ。

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

**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** オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用を見よ。

**塩化コリン，水分測定用**  $[(CH_3)_3NCH_2CH_2OH]^+Cl^-$  白色の結晶性の粉末である。

融点 303～305 (分解)。

水分 本品1g中，水分1mg以下とする。

**塩化鉄( )試液** 塩化鉄( )9gを水に溶かし，水を加えて100mlとする。

**塩化鉄( )試液，希**

塩化鉄( )試液2mlに水を加えて100mlとする。用時調製する。

**塩化リチウム** LiCl [塩化リチウム，K 8162:1992]

本品は白色の結晶又は小塊で，潮解性がある。

含量 本品を乾燥したものは，塩化リチウム(LiCl)99.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液(1 100)5mlに硝酸銀溶液(1 50)1mlを加えるとき，白色の沈殿を生じ，更にアンモニア水(2 5)10mlを加えるとき，沈殿は溶ける。

乾燥減量 2.0%以下 (130 ，42時間)

定量法 乾燥した本品約0.8gを精密に量り，水を加えて正確に100mlとする。この液20mlを正確に量り，水50mlを加え，検液とする。0.1mol/L硝酸銀溶液50mlを正確に量る。この液を，検液にかき混ぜながら徐々に加え，硝酸(1 3)9ml及びニトロベンゼン3mlを加え，過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する(指示薬 硫酸アンモニウム鉄( )試液)。別に空試験を行う。

0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液1ml = 4.239mgLiCl

**遠心式限外ろ過ユニット** 直径約3cm長さ11～12cmのポリプロピレン製管に，分画分子量3,000の再生セルロース製膜を装着したもの，又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

**塩酸ジエタノールアミン**  $C_4H_{11}NO_2 \cdot HCl$  淡黄色の液体である。

屈折率 $d_{20}^{20}$ ：1.515～1.519

比重 $d_{20}^{20}$  : 1.259 ~ 1.263

水分 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。

#### オクタデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

#### オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用

薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

**オクタン酸**  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$  本品は, アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は, 無 ~ 淡黄色で, 澄明の液体である。

凝固点 15 ~ 17

#### ガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

**希塩化鉄 ( ) 試液** 塩化鉄 ( ) 試液, 希を見よ。

**希フェノールレッド試液** フェノールレッド試液, 希を見よ。

#### クエン酸緩衝液 (pH6.0)

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

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

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

#### クエン酸緩衝液 (pH7.0)

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

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

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

**グラファイトカーボンミニカラム(500mg)** 内径 10 ~ 15mm のポリエチレン製のカラム管に, グラファイトカーボン 0.5g を充てんしたもの, 又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

#### グリチルリチン酸, 薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

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

融点 213 ~ 218 (分解)

純度試験 類縁物質 本品 0.010g を水/エタノール混液 (1 : 1) 5 ml に溶かし, 検液とする。この液 1 ml を正確に量り, 水/エタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 100ml とし, 対照液とする。検液及び対照液 10  $\mu\text{l}$  につき, 「カンゾウ抽出物」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, 検液から得た  $R_f$  値約 0.3 の主スポット以外のスポットは, 対照液から得たスポットより濃くない。

#### グルコアミラーゼ

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

#### グルコースオキシダーゼ

*Penicillium* 属から得られた, 白色の粉末である。本品の 1 単位は, D-グルコースを基質として,

pH7.0, 25 において1分間に1 $\mu$ molのD-グルコノ-1,5-ラク톤を生成する酵素量とする。

**L-グルタミン酸, 定量用** C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub> L-グルタミン酸 [K 9047]

**m-クレゾール** C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O [K 4305]

**クロロホルム, 水分測定用** クロロホルム 1,000ml に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し, 時々穏やかに振り混ぜ, 約8時間放置し, 更に約16時間静地後, 澄明なクロロホルムを分取する。湿気を避けて保存する。本品1ml中に水分は0.1mg以下とする。

**ゲニボシド** C<sub>17</sub>H<sub>24</sub>O<sub>10</sub>

**性状** 本品は, 白色の結晶または結晶性の粉末で, においが無い。

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

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

本品約0.01gを精密に量り, メタノール(1:2)を加えて溶かし, 正確に500mlとする。この液の240nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約0.01gを精密に量り, 水/アセトニトリル混液(17:3)を加えて溶かし, 正確に100mlとし, 検液とする。検液2mlを正確に量り, 水/アセトニトリル混液(17:3)を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ20 $\mu$ 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い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピークのピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約2倍までとする。

**操作条件**

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 238 nm)

カラム充てん剤 5 $\mu$ 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4~5mm, 長さ15~30cmのステンレス管

温度 40

移動相 水/アセトニトリル混液(17:3)

流量 ゲニボシドの保持時間が約15分になるように調整する。

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

**酢酸緩衝液 (pH4.5)**

第1液: 酢酸 6.0g に水を加えて, 1,000ml とする。

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

第1液と第2液を混ぜ, 両液を用いて pH4.5 に調整する。

**酢酸 dl- トコフェロール** 日本薬局方トコフェロール酢酸エステルを用いる。

**サルササポゲニン, 定量用** C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O<sub>3</sub>

**性状** 本品は, 白色の結晶性の粉末で, においはない。

**確認試験** 本品 5mg を量り, 酢酸エチル 5ml に溶かす。この液 2 $\mu$ l につき, ヘキサン/酢酸エチル混液(2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, p-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し, 110 $^{\circ}$ で10分間加熱した後, 観察するとき, R<sub>f</sub> 値 0.55 付近に黄緑~青緑色の主スポット

を認める。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110 で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験 類縁物質** 本品 0.10g を酢酸エチルに溶かし正確に 10ml とし、検液とする。この液 1 ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5  $\mu$ l ずつ量り、確認試験に準じて薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液から得た主スポット以外のスポットは、比較液から得たスポットより濃くない。

**水分** 8.0%以下 (0.1g, 直接滴定)

**酸化リン** ( )  $P_2O_5$  [酸化りん( ), K 8342]

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

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

**次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液**

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

**シアニジン 3-グルコシド塩化物**  $C_{21}H_{21}ClO_{11}$

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

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

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

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

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

**操作条件**

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

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

**次亜リン酸**  $H_3PO_2$  [ホスフィン酸, K 8440]

**ジエタノールアミン**  $C_4H_{11}NO_2$  無色の粘性のある液体である。

**融点** 27 ~ 30

**水分** 本品 1 g 中、水分は 1mg 以下とする。

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

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

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

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

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

純度試験 比旋光度(1) [  $\alpha$  ]<sub>D</sub><sup>20</sup> = +147 ~ +152° 本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，水を加えて正確に100mlとし，旋光度を測定する。

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

操作条件

「-シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (1.0g, 105 $^{\circ}$ C, 0.67 kPa, 4時間)

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

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

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

純度試験 比旋光度(1) [  $\alpha$  ]<sub>D</sub><sup>20</sup> = +172 ~ +178° 本品を乾燥し，その約1gを精密に量り，水を加えて正確に100mlとし，旋光度を測定する。

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

操作条件

「-シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 0.67kPa以下, 4時間)

**1,3-ジ-(4-ピリジル)プロパン**  $C_{13}H_{14}N_2$  淡黄色の粉末である。

融点61 ~ 62

水分 本品1g中，水分は1mg以下とする。

**ジフェニルエーテル**  $C_{13}H_{10}O$

性状 本品は，無色の結晶で，特異なにおいがある。

純度試験

(1) 沸点 254 ~ 259

(2) 融点 25 ~ 28

(3) 類縁物質 本品1.0gを酢酸エチル100mlに溶かし，検液とする。この液1mlを正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ0.5 $\mu$ lずつ量り，次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積

測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム温度 100 から 300 まで毎分 10 で昇温する。

注入口温度 300

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジフェニルエーテルのピークが約3分後に現れるように調整する。

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

**硝酸ストロンチウム**  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  [K 8554]

**水分測定用イミダゾール** イミダゾール，水分測定用を見よ。

**水分測定用塩化コリン** 塩化コリン，水分測定用を見よ。

**水分測定用クロロホルム** クロロホルム，水分測定用を見よ。

**スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂，ガスクロマトグラフィー用**

ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

**ステビオシド，定量用**  $\text{C}_{38}\text{H}_{60}\text{O}_{18}$

性状 本品は，白色の粉末である。

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

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

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

乾燥減量 5.0%以下 (105 ， 2時間)

**炭酸バリウム**  $\text{BaCO}_3$

含量 99.0%以上

性状 本品は白色の粉末である。

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品 1.0g に塩酸 (1 10) を加えて溶かし 100ml とし，検液とする。本品 1.0g にナトリウム標準液 (0.1mg/ml) 1 ml，カリウム標準液 (0.1mg/ml) 1 ml，カルシウム標準液 (0.1mg/ml) 1 ml 及びストロンチウム標準液 (5.0mg/ml) 1 ml を加え，次いで塩酸 (1 10) を加えて溶か

し 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

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

(2) カリウム 0.01%以下

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

操作条件

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

(3) カルシウム 0.01%以下

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

操作条件

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

(4) ストロンチウム 0.5%以下

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

操作条件

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

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品 5 g に二酸化炭素を含まない水 50ml を加え 5 分間振り混ぜる。定量用ろ紙(5種C)を用いてろ過した後、ろ液を 0.05mol/L 塩酸で滴定する(指示薬 プロモチモールブルー試液)。

0.05mol/L 塩酸 1 ml = 4.284mg Ba(OH)<sub>2</sub>

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

1 mol/L 塩酸 1 ml = 98.67mg BaCO<sub>3</sub>

**炭酸プロピレン** 炭酸プロピレン C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> 無色の液体である。



沸点240 ~ 242

水分 本品 1g中，水分は1mg以下とする。

**2,2'-チオジエタノール**  $S(CH_2CH_2OH)_2$

本品は，アミノ酸分析用に製造したものである。

性状 本品は，無～微黄色で，澄明の液体である。

比重 1.178～1.188

水分 0.7%以下 (0.1g，電量滴定法)

**-ツヤプリシン，定量用**  $C_{10}H_{12}O_2$

純度試験

(1) 沸点 140～141 (1.3kPa)

(2) 融点 51～53

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

**定量用 *N*-アセチルグルコサミン**  $C_8H_{15}NO_6$  *N*-アセチルグルコサミン，定量用を見よ。

**定量用アラビノース**  $\underline{L}$ -アラビノース，定量用を見よ。

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

**定量用  $\underline{L}$ -グルタミン酸**  $\underline{L}$ -グルタミン酸，定量用を見よ。

**定量用サルササポゲニン** サルササポゲニン，定量用を見よ。

**定量用  $\gamma$ -シクロデキストリン**  $\gamma$ -シクロデキストリン，定量用を見よ。

**定量用  $\beta$ -シクロデキストリン**  $\beta$ -シクロデキストリン，定量用を見よ。

**定量用ステビオシド** ステビオシド，定量用を見よ。

**定量用 -ツヤプリシン** -ツヤプリシン，定量用を見よ。

**定量用ベタイン** ベタイン 1 水和物を見よ。

**定量用  $\gamma$ -ポリリシン塩酸塩**  $\gamma$ -ポリリシン塩酸塩，定量用を見よ。

**定量用ミリシトリン** ミリシトリン，定量用を見よ。

**定量用メナキノ-4** メナキノ-4，定量用を見よ。

**定量用モグロシドV** モグロシドV，定量用を見よ。

**定量用モノグルコシルヘスペリジン** モノグルコシルヘスペリジン，定量用を見よ。

**定量用D-リボース** D-リボース，定量用を見よ。

**定量用ルチン** ルチン，定量用を見よ。

**テトラヒドロフラン**  $C_4H_8O$  [K 9705]

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

性状 本品は，白色の結晶性粉末である。

**トリス緩衝液(pH7.0)，ペクチン測定用** 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 6.055g 及び塩化カルシウム 2 水和物 0.147g を水約 750ml に溶かし，1mol/L 塩酸を加えて pH を 7.0 に調

整した後、水を加えて 1L とする。

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

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

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

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

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

**-ナフトール** 1-ナフトールを見よ。

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

**ニトロメタン**  $\text{CH}_3\text{NO}_2$  [K 9523, 特級]

**1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム**  $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2$  [K 8714]

**ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用** 第 1 液: ニンヒドリン 39g, アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム 0.081g を 1-メトキシ-2-プロパノール 979ml に溶かし、窒素を通じながら混合する。

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

第 1 液と第 2 液を 1:1 の割合で混合する。

**薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル**

オクタデシルシリル化シリカゲル、薄層クロマトグラフィー用を見よ。

**薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸**

グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィー用を見よ。

**薄層板, ユッカフォーム抽出物用** 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (粒径 5 ~ 7  $\mu\text{m}$ ) をあらかじめ塗布して調製した 10cm x 10cm の薄層板。

**バニリン**  $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$  [K 9544]

**ピリジン・水酸化ナトリウム試液**

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

**フィトナジオン**  $\text{C}_{31}\text{H}_{46}\text{O}_2$  日本薬局方フィトナジオンを用いる。

**L-フェニルアラニン**  $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$  「L-フェニルアラニン」

**フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄( )酸ナトリウム試液**

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

**フェノールレッド試液, 希**

第 1 液: フェノールレッド 0.033g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (2 : 25) 1.5ml 及び水を加えて溶かし、100ml とする。

第 2 液: 硫酸アンモニウム 0.025g を量り、水 235ml を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (2 : 25) 105ml 及び酢酸 (3 : 25) 135ml を加えて混和する。

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

#### **o-フタルアルデヒド** $C_6H_4(CHO)_2$

**性状** 本品は、淡黄～黄色の結晶である。

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

#### **操作条件**

**検出器** 熱伝導度検出器

**カラム充てん剤**

**液相** 担体に対して10%のメチルシリコンポリマー

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

**カラム管** 内径3mm、長さ2mのガラス管

**カラム温度** 180 付近の一定温度

**キャリアーガス** ヘリウム

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

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

#### **D-グルコース定量用発色試液**

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

#### **フモニンB<sub>1</sub>** $C_{34}H_{59}NO_{15}$

**性状** 本品は、白～黄白色の粉末である。

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

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

#### **プルラナーゼ**

本品は、細菌(*Bacillus*, *Klebsiella*, *Sulfolobus solfataricus*)の培養物より得られたプルランを分解する酵素(pullulan 6-glucanohydrolase, EC 3.2.1.41)である。本品は、プルランの $\alpha$ -1,6-グルコシド結合を加水分解し、マルトトリオースを生成する。

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

#### プルラナーゼ試液

プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1ml当たり10単位とする。

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

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

#### 1-ヘキサノール $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{OH}$

性状 本品は、無色透明の液体である。

比重  $d_4^{20}$  0.818～0.819

沸点 157

**ペクチン酸リアーゼ** *Aspergillus sp.*から得たもので、酵素安定剤としてグリセロールを添加した水溶液製品である。本品の1単位は、ポリガラクトuron酸を基質として、pH10.8、40 において1分間に非還元末端に4-デオキシ-D-ガラクタ-4-エンウロン酸残基を持つウロン酸重合体を1 μmol 脱離する酵素量とする。

**ペクチン酸リアーゼ溶液，ペクチン測定用** ペクチン酸リアーゼ120単位をペクチン測定用トリス緩衝液(pH7.0)に溶かし、100mlとする。

**ペクチン測定用トリス緩衝液(pH7.0)** トリス緩衝液(pH7.0)，ペクチン測定用 を見よ。

**ペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液** ペクチン酸リアーゼ溶液，ペクチン測定用 を見よ。

#### ベタイン1水和物 $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

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

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

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

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4mm，長さ25cmのステンレス管

カラム温度 70

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

乾燥減量 12.0～14.6% (105℃, 減圧, 3時間)

**ベタイン, 定量用** ベタイン 1水和物を見よ。

### ペルオキシダーゼ

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

### ベンジジン C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>

**性状** 本品は、白色又はわずかに紅色を帯びた結晶性粉末で、空气中で光により次第に暗色に変わる。

**確認試験** 本品0.1gを酢酸10mlに溶かし、重クロム酸カリウム溶液を加えるとき、深緑色の沈殿を生じる。

### 純度試験 (1) 融点 127～129 ほう酸緩衝液 (pH9.1)

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

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

### ポリエチレングリコール 600

本品は、平均分子量560～640のポリエチレングリコールである。

**性状** 無～微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

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

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

(2) 粘度 (25℃) 100～150mm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>

本品200mlにつき、回転粘度計により測定する。

(3) 凝固点 15～25

(4) 酸 CH<sub>3</sub>COOHとして0.1%以下

本品10gを二酸化炭素を含まない水50mlに溶かし、これにフェノールフタレイン溶液3滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mlは、CH<sub>3</sub>COOHとして0.006005gに相当する。

**水分** 0.3%以下 (2g, 直接滴定)

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

平均分子量 = 試料の量 (g) × 4,000 / (a - b)

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

b：試料の試験における 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (ml)

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

#### -ポリリシン塩酸塩，定量用

**性 状** 本品は、白～淡黄色の粉末である。確認試験 本品 0.1g をリン酸緩衝液 (pH6.8) 100ml に溶かした液 1 ml にメチルオレンジ試液 1 ml を加えるとき、赤褐色の沈殿を生ずる。

**純度試験 類縁物質** 本品 0.015g を量り、移動相と同一組成の液 100ml に溶かし、検液とする。

この液 2 ml を正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。

検液及び比較液それぞれを 100  $\mu$ 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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

**操作条件** 「 - ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

**ミリシトリン，定量用**  $C_{21}H_{20}O_{12} \cdot nH_2O$

**性 状** 本品は、淡灰黄～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

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

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

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

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

**操作条件** 「ヤママモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

#### ムタロターゼ

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

#### 2 - メチルイミダゾール $C_4H_6N_2$

本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。水、エタノール、酢酸エチル、アセトンに溶け、吸湿性がある。

**含 量** 本品は、2 - メチルイミダゾール ( $C_4H_6N_2$ ) 98%を含む。

**沸 点** 267 ~ 268

**融 点** 142 ~ 145

**定量法** 本品約 0.2g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50ml を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1ml = 8.211mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>

**1-メトキシ-2-プロパノール** C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

性状 本品は、無色澄明の液体である。

比重 0.920 ~ 0.925

屈折率 1.402 ~ 1.405

水分 0.5%以下 (0.1g, 電量滴定法)

**0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液** 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5ml と酢酸エチル 99.5ml を混合して調製する。

**メナキノン-4, 定量用** C<sub>31</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>

性状 本品は、黄色の結晶性の粉末又は粉末である。

融点 36.0 ~ 38.0

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (0.10g, ヘキサン 1ml)

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

操作条件 「メナキノン (抽出物)」の定量法の操作条件を準用する。

**2-メルカプトエタノール** HSCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH

性状 本品は、無色澄明の液体である。

比重  $d_4^{20}$  1.112 ~ 1.117

**モグロシドV, 定量用** C<sub>60</sub>H<sub>102</sub>O<sub>29</sub>

性状 本品は、白 ~ 淡黄色の粉末で、味は甘い。

確認試験 本品を 105 °C で 2 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、3,430cm<sup>-1</sup>, 2,930cm<sup>-1</sup>, 1,634cm<sup>-1</sup>, 1,383cm<sup>-1</sup>, 1,170cm<sup>-1</sup>, 1,075cm<sup>-1</sup>及び1,038cm<sup>-1</sup> のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 5mg をアセトニトリル/水混液 (74 : 26) 1ml に溶かし、検液とする。この液 0.5ml を正確に量り、アセトニトリル/水混液 (74 : 26) を加えて正確に 10ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5 µl ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

**モノグルコシルヘスペリジン, 定量用**

性状 本品は、淡黄 ~ 黄褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

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

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

乾燥減量 6.0%以下 (2.7kPa 以下, 120 , 2時間)

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

操作条件 「酵素処理ヘスペリジン」の定量法の操作条件を準用する。

**ユッカフォーム抽出物用薄層板** 薄層板, ユッカフォーム抽出物用を見よ。

**リゾチウム用基質試液** *Micrococcus luteus* の乾燥菌体適量にリン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて均一に懸濁させた後、波長640nmにおける透過率が10%になるように調整する。用時調製する。

**D-リボース, 定量用** C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の水溶液 (1 20) 2 ~ 3 滴を沸騰したフェーリング試液 5 ml に加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

純度試験(1) 比旋光度 [ ]<sub>D</sub><sup>20</sup> = -18 ~ -22°

本品約 1 g を精密に量り、アンモニア試液 0.2ml 及び水を加えて溶かし、正確に 50ml とする。

この液について旋光度を測定し、更に無水物換算を行う。

(2)類縁物質 本品 0.5g を水 25ml に溶かし、検液とする。検液 1 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10  $\mu$ 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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分 1.0%以下 (1g, 直接滴定)

**硫酸アンモニウム鉄 ( ) 試液** 硫酸アンモニウム鉄 ( ) 12水和物 10g を量り、硝酸 (1 3) 10ml 及び水 80ml を加えて溶かす。

**硫酸呈色物用硫酸**

あらかじめ、次の方法で含量を測定した硫酸に注意して水を加え、硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 94.5 ~ 95.5% に調整する。保存中、水分を吸収して濃度が変わったときは使用しない。

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

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml = 49.04mg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

**15%硫酸・メタノール試液** 硫酸 8.2ml を量り、メー 20ml に徐々に加え、冷却し、メタノールを加えて 100ml とする。

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

**リン酸塩緩衝液 (pH6.2)**

第 1 液: リン酸一カリウム 9.08g に水を加えて溶かし、1,000ml とする。



第2液：無水リン酸二ナトリウム 9.46g に水を加えて溶かし，1,000ml とする。

第1液 800ml と第2液 200ml とを混和し，必要ならば，更にいずれかの液を加えて pH6.2 に調整する。

#### リン酸緩衝液(pH7.1)

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

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

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

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

性状 本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である。

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

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

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

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

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5 ~ 10  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3 ~ 6 mm，長さ 15 ~ 25cm のステンレス管

カラム温度 40

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8 ~ 12 分になるように調整する。

#### レバウジオシド A $C_{44}H_{70}O_{23}$

性状 本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

融点 239 ~ 244

#### 容量分析用標準液

0.1 mol/L EDTA 溶液 1,000ml 中エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム ( $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$ ，分子量 372.24) 37.224g を含む。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 38g を量り,新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 1,000ml とする。

標定 本液 20ml を正確に量り,アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH 10.7) 2ml 及び水を加えて約 100ml とし,0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。

**0.02mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液** 0.02mol/L 水酸化カリウム溶液, エタノール製を見よ。

**0.02mol/L 水酸化カリウム溶液, エタノール製** 0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液に無アルデヒドエタノールを加えて 5 倍容量に薄める。0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液に準じて標定する。

#### 標準液

##### アンモニウム標準液

塩化アンモニウム 2.97g を正確に量り,水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 10ml を正確に量り,これに水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 1ml はアンモニウム ( $\text{NH}_4$ ) 0.01mg を含む。

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

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

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

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

#### (標準品)

**グリチルリチン酸標準品** グリチルリチン酸日本薬局方標準品を用いる。

**シアノコバラミン標準品** シアノコバラミン日本薬局方標準品を用いる。

**リゾチーム標準品** リゾチーム日本薬局方標準品を用いる。