〈試薬・試液〉

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄（Ⅲ）酸ナトリウム試液

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

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液

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

アンモニウム標準液

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

硫酸呈色物用硫酸

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

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

１mol/L水酸化ナトリウム溶液１ml＝ 49.04mg H_2SO_4

タマリンドシードガム

Tamarind Seed Gum

タマリンドガム

タマリンド種子多糖類

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

性　　状　本品は，白～淡褐色の粉末で，においがないか，わずかに特異なにおいがある。

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

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

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

(2) 鉛　Pbとして10μg/g以下（1.0g，第１法）

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

(4) たん白質　3.0%以下

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

0.005mol/L 硫酸１ml＝0.8754mg たん白質

乾燥減量　14.0%以下（105℃，５時間）

灰　　分　5.0%以下（乾燥物換算）

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

タラガム

Tara Gum

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

性　　状　本品は，白～淡黄色の粉末で，ほとんどにおいがない。

確認試験　(1)　「カロブビーンガム」の確認試験(1)と同様に操作するとき，粘性のある液体となる。この液 100ml を水浴上で約 10 分間加熱した後，室温まで冷却するとき，その粘性は加熱前より増加する。

(2)　「カロブビーンガム」の確認試験(2)を準用する。

純度試験　(1)　酸不溶物　5.0%以下　「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)を準用する。

(2)　鉛　Pb として 2.0μg/ｇ以下　(5.0 g，第１法)

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

(4)　たん白質　3.5%以下

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

0.005mol/L 硫酸１ml＝ 0.7984mg たん白質

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

乾燥減量　15.0%以下　(105℃，5 時間)

灰　　分　1.5%以下　(550℃，１時間)

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

ツヤプリシン（抽出物）

Thujaplicin (extract)

ヒノキチオール（抽出物）

Hinokitiol (extract)

$C_{10}H_{12}O_2$　　分子量　164.20

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

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

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

性　　状　本品は，白～黄色の結晶，結晶性の粉末又は塊で，特異なにおいがある。

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

純度試験　(1) 溶状　澄明（1.0g，エタノール5.0ml）

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

(3) ヒ素　As_2O_3として4.0μg/g以下（0.5g，第３法，装置Ｂ）

乾燥減量　0.5％以下（１g，1.7～2.0kPa，シリカゲル，４時間）

強熱残分　0.05％以下（２g）

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

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

操作条件

検出器　水素炎イオン化検出器

カラム　内径 0.25mm，長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に，ジメチルポリシロキサンを 0.25μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度　100℃から 250℃まで毎分 10℃で昇温する。

注入口温度　250℃

注入方式　スプリット（10：1）

キャリヤーガス　ヘリウム

流量　β-ツヤプリシンのピークが約７分後に現れるように調整する。

〈参考情報〉

キャピラーカラム商品名；J&W　DB-１

〈試薬・試液〉

定量用β-ツヤプリシン　β-ツヤプリシン，定量用を見よ。

β-ツヤプリシン，定量用　$C_{10}H_{12}O_2$

純度試験

(1)　沸点　140～141℃(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１ml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0.5μlずつ量り，「ツヤプリシン（抽出物）」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，溶媒ピークの後ろから，主ピークの保持時間の2倍までとする。

ジフェニルエーテル　$C_{13}H_{10}O$

性状　本品は，無色の結晶で，特異なにおいがある。

純度試験

(1)　沸点　254～259℃

(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 100 ml 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 のケイ酸ガラス製の細管に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℃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）

キャリヤーガス　ヘリウム

流量　ジフェニルエーテルのピークが約３分後に現れるように調整する。

デキストラン

Dextran

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

性　　状　本品は，白～淡黄色の粉末又は粒で，においがない。

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

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

(2)　鉛　Pbとして10μg/g以下（1.0g，第１法）

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

(4)　総窒素　1.0%以下

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

乾燥減量　10.0%以下（105℃，６時間）

強熱残分　2.0%以下

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

トコトリエノール

Tocotrienol

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

含　　量　本品は，総トコトリエノールとして25%以上を含む。

性　　状　本品は，黄～赤褐色の粘性の液体で，わずかに特異なにおいがある。

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

純度試験　(1)　比重　0.94～0.99

(2)　酸価　5.0以下

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

$$\text{酸価} = \frac{\text{0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量（ml）} \times 5.611}{\text{試料の採取量（g）} \times 5}$$

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

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

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

操作条件

検出器　紫外吸光光度計（測定波長　292nm）

カラム充てん剤　５～10μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管　内径３～６㎜，長さ 15～25㎝のステンレス管

カラム温度　40℃

移動相　ヘキサン／ジオキサン／２-プロパノール混液（985：10：５）

流量　d-α-トコフェロールの保持時間が約７～８分になるように調整する。

総トコトリエノール含量

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

S_{α}　標準液 100ml 当たりの d-α-トコフェロールの量（g）

S_{β}　標準液 100ml 当たりの d-β-トコフェロールの量（g）

S_{γ}　標準液 100ml 当たりの d-γ-トコフェロールの量（g）

S_{δ}　標準液 100ml 当たりの d-δ-トコフェロールの量（g）

d-γ-トコフェロール

d-γ-Tocopherol

γ-ビタミンE

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

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

性　　状　本品は，淡黄～赤褐色の澄明な液体で，わずかに特異なにおいがある。

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

純度試験　(1)　比旋光度［α］$^{20}_{D}$＝＋20°　以上

「*d*-α-トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2)　酸価　5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

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

(4)　ヒ素　As_2O_3として4.0μg／g以下（0.5g，第３法，装置Ｂ）

定 量 法　「*d*-α-トコフェロール」の定量法を準用する。

d－δ－トコフェロール

d－δ－Tocopherol

δ－ ビタミンE

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

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

性　　状　本品は，淡黄～赤褐色の澄明な液体で，わずかに特異なにおいがある。

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

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

「*d*－α－トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2)　酸価　5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

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

(4)　ヒ素　As_2O_3として4.0μg／g以下（0.5g，第３法，装置Ｂ）

定 量 法　「*d*－α－トコフェロール」の定量法を準用する。

トマト色素

Tomato Color

トマトリコピン

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

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

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

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

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 8.0μg/g 以下（1.25g，第１法）

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

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

操作条件

測定溶媒　ヘキサン

測定波長　波長 465～475nm の極大吸収部

納豆菌ガム

Bacillus natto Gum

納豆菌粘質物

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

含　　量　本品を乾燥したものは，ポリグルタミン酸 70.0％以上を含む。

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

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

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 10μg/g 以下　(1.0g，第１法)

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

乾燥減量　15.0％以下　(減圧，40℃，24 時間)

強熱残分　43.0％以下

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

定 量 法

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

ポリグルタミン酸の含量

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

操作条件

検出器　可視吸光光度計　(測定波長　570nm)

カラム充てん剤　液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管　内径 4.6mm，長さ６cm のステンレス管

カラム温度　55℃付近の一定温度
化学反応槽温度　135℃付近の一定温度
移動相　納豆菌ガム用緩衝液（pH3.3）
反応試薬　納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液
移動相流量　グルタミン酸の保持時間が約7分になるように調整する。
反応試薬流量　 0.35ml/分

〈試薬･試液〉

定量用L-グルタミン酸　L-グルタミン酸，定量用を見よ。

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

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

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

ニンヒドリン試液，納豆菌ガム定量用　第１液：ニンヒドリン39g，アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム81mgを１-メトキシ-２-プロパノール979mlに溶かし,窒素を通じながら混合する。
第２液：酢酸リチウム204g,酢酸123ml，１-メトキシ-２-プロパノール401mlに水を加えて1,000mlとし，窒素を通じながら混合する。
第１液と第２液を１：１の割合で混合する。

2,2'-チオジエタノール　$S(CH_2CH_2OH)_2$
本品は，アミノ酸分析用に製造したものである。
性状　本品は，無～微黄色で，澄明の液体である。
比重　1.178～1.188
水分　0.7%以下（0.1g，電量滴定法）

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

オクタン酸　$CH_3(CH_2)_6COOH$　本品は，アミノ酸分析用に製造されたものである。
性状　本品は，無～淡黄色で，澄明の液体である。
凝固点　15～17℃

１-メトキシ-２-プロパノール　$C_5H_{12}O_2$

性状　本品は，無色透明の液体である。
比重　0.920～0.925
屈折率　1.402～1.405
水分　0.5%以下（0.1g，電量滴定法）

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

テトラヒドロホウ酸ナトリウム，アミノ酸分析用　$NaBH_4$　本品は，アミノ酸分析用に製造されたものである。
性状　本品は，白色の結晶性粉末である。

〈参考情報〉
装置商品名　日立 L-8800 形高速アミノ酸分析計
カラム商品名　日立カスタムイオン交換樹脂　#2622

ナリンジン

Naringin

ナリンギン

$C_{27}H_{32}O_{14}$　　分子量　580.53

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

［10236-47-2］

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

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

性　　状　本品は，白～微黄色の結晶である。

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

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 5.0μg/g 以下　(1.0g,　第１法)

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

(4)　メタノール　50μg/g 以下

（i）装置

「エンジュ抽出物」の純度試験(4)の装置を準用する。

（ⅱ）操作法

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

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

操作条件

検出器　水素炎イオン化検出器

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

カラム管　内径３mm，長さ２mのガラス管

カラム温度　120℃付近の一定温度

注入口温度　200℃付近の一定温度

キャリヤーガス　窒素又はヘリウム

流量　メタノールの保持時間が約２分になるように調整する。

乾燥減量　10%以下（105℃，3時間）

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

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

＜参考情報＞

カラム：　ジーエルサイエンス株式会社製　Gaskuropack 54

パラフィンワックス

Paraffin Wax

パラフィン

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

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

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

純度試験　(1)　融点　43～75℃（第２種物質）

(2)　鉛　Pbとして3.0μg/ｇ以下（3.3　g，第１法）

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

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

(5)　多環芳香族炭化水素

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

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

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

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

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

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

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

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

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

強熱残分　0.10%以下

試薬・試液

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

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

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

2,2,4-トリメチルペンタン，紫外吸収スペクトル測定用　$CH_3C(CH_3)_2CH_2CH(CH_3)CH_3$

本品 180ml に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン１ml を加え，水浴上で窒素気流下に残留物が１ml になるまで濃縮する。残留物に本品を加えて溶かし，正確に 25ml とし，検液とする。本品を対照液として光路長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 0.01cm^{-1}以下である。

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

ヘキサデカン，紫外吸収スペクトル測定用　$CH_3(CH_2)_{14}CH_3$

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 0.00cm^{-1}以下である。必要があれば，活性シリカゲルを充てんしたカラムを通すか又は蒸留によって精製する。

〈参考情報〉

１）紫外吸収スペクトル用イソオクタン

①　同仁化学研究所製　スペクトロゾール　イソオクタン

②　和光純薬製　吸収スペクトル用イソオクタン

２）紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド

①　同仁化学研究所製　スペクトロゾール　dimethysulfoxide

②　和光純薬製　吸収スペクトル用　ジメチルスルホキサイドdimethysulfoxide

3）紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン

①　Acros製（キシダ化学取扱い）　ｎ－ヘキサデカン（99%）

②　東京化成製　ＳＵグレード　ｎ－ヘキサデカン

微小繊維状セルロース

Microfibrillated Cellulose

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

性　　状　本品は白色の湿った綿状である。

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

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

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

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

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

(3)　ヒ素　As_2O_3 として 2.0μg/g 以下　（乾燥物換算して 1.0g に対応する量，第３法，装置Ｂ）

(4)　水可溶物　0.50％以下

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

乾燥減量　60.0～92.0％　（５g，120℃，５時間）

灰　　分　0.50％以下　（乾燥物換算して 2.0g に対応する量）

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

＜参考情報＞

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

フクロノリ抽出物

Fukuronori Extract

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

性　　状　本品は，白～褐色の粉末又は粒で，においがないか又はわずかににおいがある。

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

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

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

純度試験　(1)　粘度　5.0mPa・s以上（1.5%　75℃）

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

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

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

(5)　鉛　Pbとして10μg/g以下（1.0g，第１法）

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

乾燥減量　12.0%以下（105℃，５時間）

灰　　分　５～30%（乾燥物換算）

酸不溶性灰分　1.0%以下

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

プルラン

Pullulan

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

性　　状　本品は，白～淡黄白色の粉末で，においがないか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験　(1)　本品10gを水100mlにかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき，粘稠な溶液となる。

(2)　(1)で得た溶液10mlにプルラナーゼ試液0.1mlを加えて混和し放置するとき，粘性がなくなる。

(3)　本品の水溶液（1→50）10mlにポリエチレングリコール600を２ml加えるとき，直ちに白色の沈殿を生じる。

純度試験　(1)　動粘度　15～180 $mm^2 s^{-1}$

本品を乾燥した後，その10.0gを正確に量り，水を加えて溶かし，正確に100gとし，30±0.1℃で粘度を測定する。

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

(3)　鉛　Pbとして2.0μg/g以下（1.0g，第１法）

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

(5)　総窒素　0.05%以下

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

(6)　単糖類及び小糖類　12.0%以下

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

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

乾燥減量　8.0%以下（90℃，減圧，６時間）

強熱残分　5.0%以下

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

〈試薬・試液等〉

プルラナーゼ

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

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

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

プルラナーゼ試液

プルラナーゼを水に溶かし，その活性を１ml 当たり 10 単位とする。

ポリエチレングリコール 600

本品は，平均分子量 560～640 のポリエチレングリコールである。

性状　無～微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

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

純度試験　(1)　液性　pH4.0～7.0（５g，水 100ml，25℃）

(2)　粘度（25℃）　100～150mm^2s^{-1}

本品 200ml につき，回転粘度計により測定する。

(3)　凝固点　15～25℃

(4)　酸　CH_3COOH 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_3COOH 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，室温になるまで空気中で放冷する。次に 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50ml を正確に加え，更にフェノールフタレインのピリジン溶液（１→100）５滴を加え，この液につき，0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし，滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

平均分子量＝試料の量（g）×4,000／（ａ－ｂ）

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

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

ベタイン

Betaine

$C_5H_{11}NO_2$　　分子量　117.15

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

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

含　　量　本品を乾燥したものは，ベタイン（$C_5H_{11}NO_2$）98.0～102.0％を含む。

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

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

純度試験　(1)　溶状　無色，澄明（1.0g，水10ml）

(2)　液性　pH5.0～7.0（1.0g，水20ml）

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

(4)　硫酸塩　SO_4として0.01％以下（1.0g，比較液　0.005mol/L硫酸　0.20ml）

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

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

乾燥減量　3.0％以下（105℃，３時間）

強熱残分　0.10％以下（500℃，３時間）

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

$$\text{ベタイン}(C_5H_{11}NO_2)\text{の含量} = \frac{\text{検液中のベタインの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100\ (\%)$$

操作条件

検出器　示差屈折計

カラム充てん剤　液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管　内径４㎜，長さ25cmのステンレス管

カラム温度　70℃

移動相　水

流量　ベタインの保持時間が約９分になるように調整する。

〈定量用試薬・試液〉

定量用ベタイン　ベタイン１水和物を見よ。

ベタイン，定量用　ベタイン１水和物を見よ。

ベタイン１水和物　$C_5H_{11}NO_2 \cdot H_2O$

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

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

純度試験　類縁物質　本品を乾燥し，その約1gを量り，水に溶かして正確に100mlとし，検液とする。この検液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）

［参考情報］

使用カラム商品名　　Shodex　USPpak　MN-431（Ca型）

ヘマトコッカス藻色素

Haematococcus Algae Color

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

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

性　　状　本品は，だいだい～暗褐色の塊，ペースト又は液体で，わずかに特異なにおいがある。

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

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

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 8.0μg/g 以下（1.25g，第１法）

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

色価測定法　色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒　アセトン

測定波長　波長 460～480nm の極大吸収部

ヘム鉄

Heme Iron

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

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

性　　状　本品は，褐～黒褐色の粉末又は粒で，においがないか又はわずかに特異なにおいがある。

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

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

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

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

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

乾燥減量　5.0％以下（105℃，５時間）

強熱残分　12.0％以下

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

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液１ml ＝ 5.585mg Ｆe

試薬・試液

ピリジン・水酸化ナトリウム試液

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

ベントナイト

Bentonite

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

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

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

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

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

純度試験　(1)　液性　pH8.5～10.5（２％懸濁液）

(2)　鉛　Pb として 40μg/g 以下

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

(3)　ヒ素　As_2O_3 として 4.0μg/g 以下

(2)のＡ液 25ml を量り，検液とする。装置Ｂを用いる。

乾燥減量　12.0％以下（105℃，２時間）

ε-ポリリシン

ε－Polylysine

ε－ポリリジン

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

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

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

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

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

(3)　本品の水溶液（１→100）１mlに塩酸１mlを加え，110℃で24時間加熱する。冷後，水酸化ナトリウム溶液（１→５）を加えてpH６～８に調整し，検液とする。別にL-リシン塩酸塩0.010gを水10mlに溶解し，対照液とする。検液及び対照液２μlずつを量り，１-ブタノール／水／酢酸混液（４：２：１）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約10ｃｍの高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，ニンヒドリンのアセトン溶液（１→50）を均等に噴霧し，90℃で10分間加熱して呈色させ，自然光下で観察するとき，検液から得たスポットは，対照液から得た赤紫色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110℃で１時間乾燥したものを使用する。

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

(2)　ヒ素　As_2O_3として4.0μg/g以下（ε-ポリリシン0.5gに対応する量，第３法，装置Ｂ）

強熱残分　1.0%以下（ε-ポリリシン0.5gに対応する量）

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

操作条件

検出器　紫外吸光光度計　（測定波長　215nm）

カラム充てん剤　５～10μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル
カラム管　内径4.6mm，長さ25cmのステンレス管
カラム温度　40℃付近の一定温度
移動相　リン酸二カリウム1.74g及び硫酸ナトリウム1.42gを水約800mlに溶かし，リン酸でpHを3.4に調整した後，水を加えて1,000mlとする。この液920mlにアセトニトリル80mlを加える。
流量　ε-ポリリシンの保持時間が約４分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用ε-ポリリシン塩酸塩　ε-ポリリシン塩酸塩，定量用を見よ。

ε-ポリリシン塩酸塩、定量用

性　　状　本品は，白～淡黄色の粉末である。
確認試験　本品0.1gをリン酸緩衝液（pH6.8）100mlに溶かした液１mlにメチルオレンジ試液１mlを加えるとき，赤褐色の沈殿を生ずる。
純度試験　類縁物質　本品0.015gを量り，移動相と同一組成の液100mlに溶かし，検液とする。この液２mlを正確に量り，移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液それぞれを100μlずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の約２倍までとする。
操作条件　「ε－ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

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

〈参考情報〉

定量用カラム

東ソー製　TSKgel ODS-120T　φ4.6mm×25cm　がある。

カラム充てん剤

東ソー製　TSKgel ODS-120T　φ4.6mm×25cmがある。

マイクロクリスタリンワックス

Microcrystalline Wax

ミクロクリスタリンワックス

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

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

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

純度試験　(1) 融点　70～95℃（第２種物質）

(2) 鉛　Pb として 3.0μg/g 以下（3.3g，第１法）

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

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

強熱残分　0.10%以下

マクロホモプシスガム

Macrophomopsis Gum

マクロホモプシス多糖類

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

性　　状　本品は，淡黄～淡褐色の粉末で，わずかに特異なにおいがある。

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 5.0μg/g 以下　(2.0g，第１法)

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

(4)　総窒素　1.0％以下　(乾燥物換算)

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

(5)　２-プロパノール　0.50％以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の装置を準用する。

(ii) 操作法

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

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

操作条件

検出器　水素炎イオン化検出器

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

カラム管　内径３mm，長さ２ｍのガラス管

カラム温度　120℃付近の一定温度

注入口温度　200℃付近の一定温度

キャリヤーガス　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℃, 2.5 時間)

灰　　分　10.0%以下　(乾燥物換算)

微生物限度

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

〈参考情報〉

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

ムラサキイモ色素

Purple Sweet Potato Color

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

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

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

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

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

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

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

(2)　鉛　Pb として 8.0μg/g 以下（1.25g，第１法）

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

色価測定法　色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒　クエン酸緩衝液（pH3.0）

測定波長　波長 515～535nm の極大吸収部

ムラサキトウモロコシ色素

Purple Corn Color

ムラサキコーン色素

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

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

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

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

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

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

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

操作条件

検出器　可視吸光光度計（測定波長 515nm）

カラム充てん剤　５μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管　内径４～５mm，長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度　40℃

移動相　４％リン酸溶液／メタノール混液（73：27）

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

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

(2)　鉛　Pb として 8.0μg/g 以下（1.25g，第１法）

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

(4)　フモニシンＢ$_1$ 0.3μg/g 以下（色価 30 に換算）

本品の表示量から，色価 30 に換算して約５ｇに相当する量を精密に量り，メタノール／水混液（３：１）80ml を加えて振り混ぜ，水酸化ナトリウム溶液（１→10）を加えて pH８～９に調整し，メタノール／水混液（３：１）を加えて正確に 100ml とし，試料液とする。内径約 15mm のガラスあるいはポリプロピレン製のカラムにトリメチルアミノプロピル化シリカゲル約２g を充てんし，メタノール及びメタノール／水混液(３：１)で順次洗浄する。試料液 10ml をカラムに注ぎ，流出液は捨てる。このカラムをメタノール／水混液(３：１)20ml，次いでメタノール 10ml で洗浄する。その後メタノール／酢酸混液（99：１）20ml を注ぐ。流出液を 40℃未満，減圧状態で乾固させた後，水／アセトニトリル混液(１：１) 0.2ml を加えて溶かし，検液とする。別にフモニシンＢ$_1$ 約 0.01g を精密に量り，水／アセトニトリル混液(１：１)を加えて正確に 100 ml とする。更にこの液 10ml，５ml，１ml を正確に量り，水／アセトニトリル混液(１：１)を加えてそれぞれ正確に 200 ml とし，標準液とする。検液及び標準液のそれぞれ 0.1ml に対し，フタルアルデヒド試薬 0.1ml を加えて混和する。検液及び３濃度の標準液をそれぞれ 20μl ずつ量り，フタルアルデヒド試薬添加後１分以内に，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。３濃度の標準液のフモニシンＢ$_1$

のピーク面積を測定し，検量線を作成する。検液のフモニシンＢ$_1$のピーク面積を測定し，検量線から検液中のフモニシンＢ$_1$量を求める。

操作条件

検出器　蛍光光度計　(励起波長　335 nm，蛍光波長　440 nm)

カラム充てん剤　５μｍの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム　内径 4.6 mm，長さ 15cm のステンレス管

温度　25℃

移動相　メタノール／リン酸緩衝液（pH 3.3）混液(７：３)

流量　フモニシンＢ$_1$の保持時間が約 17 分になるように調整する。

色価測定法　色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒　クエン酸緩衝液（pH3.0）

測定波長　波長 505～525nm の極大吸収部

〈試薬・試液〉

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

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

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

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

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

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

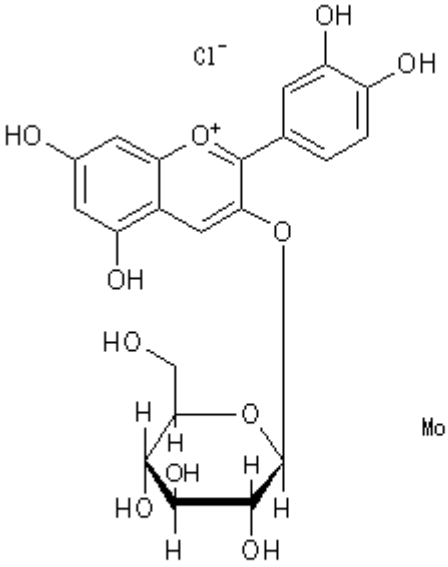
操作条件

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

検出感度　比較液Ａ１ml 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Ｂ10μｌ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Ａ10μｌから得られた主ピークのピーク高さがフルスケールの約20%になるように調整する。

〈参考情報〉

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



$C_{21}H_{21}ClO_{11}$
Mol. Wt.: 484.84

cyanidin 3-glucoside chloride

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

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

***o*－フタルアルデヒド**　$C_6H_4(CHO)_2$

性　　状　本品は，淡黄～黄色の結晶である。

純度試験　類縁物質　本品１ｇをエタノール 10ml に溶かし，検液とする。この液１ml を正確に量り，エタノールを加えて正確に 100ml とし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10μｌ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，面積測定の範囲は，溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の７倍までとする。

操作条件

検出器　熱伝導度検出器

カラム充てん剤

液相　担体に対して 10%のメチルシリコーンポリマー

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

カラム管　内径３㎜，長さ２ｍのガラス管

カラム温度　180℃付近の一定温度

キャリヤーガス　ヘリウム

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

フモニシンＢ$_1$　$C_{34}H_{59}NO_{15}$

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，3,450cm^{-1}，2,934cm^{-1}，1,730cm^{-1}及び1,632cm^{-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 10μl を量り，対照液を用いず，メタノール／水混液（７：３）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ，風乾する。これにバニリン１g を硫酸／エタノール混液（４：１）100ml に溶かした液を噴霧し，自然光下で観察するとき，一つのスポット以外のスポットを認めない。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを使用する。

２-メルカプトエタノール　$HSCH_2CH_2OH$

性　　状　本品は，無色澄明の液体である。

比　　重　d_4^{20}　1.112～1.117

バニリン　$C_8H_8O_3$　〔K 9544:1994〕

リン酸緩衝液（pH3.3）

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

メナキノン（抽出物）

Menaquinone (Extract)

ビタミンK_2（抽出物）

Vitamin K_2(Extract)

$C_{31}H_{40}O_2$　　分子量　444.65

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

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

含　　量　本品を無水物換算したものは、メナキノン-４（$C_{31}H_{40}O_2$）98.0～102.0％を含む。

性　　状　本品は，黄色の結晶又は結晶性の粉末、ろう様の塊又は油状の物質である。

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

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

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

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

水　　分　0.50％以下（0.50g，直接滴定）

強熱残分　0.10％以下

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

メナキノン-４（$C_{31}H_{40}O_2$）の含量

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

操作条件

検出器　　紫外吸光光度計（測定波長 270nm）

カラム充てん剤　５μｍの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管　内径約 5mm，長さ約 15cm のステンレス管
カラム温度　 40℃付近の一定温度
移動相　メタノール
流量　メナキノン-４の保持時間が約７分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用メナキノン-４　メナキノン-４，定量用を見よ。

メナキノン-４，定量用　$C_{31}H_{40}O_2$
性　　状　本品は，黄色の結晶性の粉末又は粉末である。
融　　点　36.0～38.0℃
純度試験　(1) 溶状　黄色，澄明（100mg，ヘキサン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 20μl ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の２倍までとする。
操作条件　「メナキノン（抽出物）」の定量法の操作条件を準用する。

フィトナジオン　$C_{31}H_{46}O_2$
日本薬局方フィトナジオンを用いる。

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

酸化リン（V）　P_2O_5
酸化りん(V)　〔K 8342：1994〕

〈参考情報〉

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

ヤマモモ抽出物

Chinese Bayberry Extract

$C_{21}H_{20}O_{12}・nH_2O$

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

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

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

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

性　　状　本品は，ごくうすい黄色の粉末又は塊で，わずかに特異なにおいがある。

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

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

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

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

(2)　鉛　5.0μg/g 以下（2.0g，第１法）

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

(4)　メタノール　50μg/g 以下

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験(4)の装置を準用する。

(ii) 操作法

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

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

操作条件

検出器　水素炎イオン化検出器
カラム充てん剤　180～250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂
カラム管　内径３mm，長さ２mのガラス管
カラム温度　120℃付近の一定温度
注入口温度　200℃付近の一定温度
注入方式　全量注入法
キャリヤーガス　窒素又はヘリウム
流量　メタノールの保持時間が約２分になるように調整する。

水　　分　8.0%以下（0.2g，直接滴定）

定 量 法　本品及び定量用ミリシトリン約 0.05g を精密に量り，それぞれメタノールに溶かして正確に 100ml とする。それぞれの液５ml を正確に量り，水／アセトニトリル／リン酸混液（800：200：１）を加えて正確に 50ml とし，検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20μl ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のミリシトリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりミリシトリン含量を求める。なお，定量用ミリシトリンは，別に直接滴定法により水分を測定する。

ミリシトリン（$C_{21}H_{20}O_{12}$）の含量

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

操作条件
検出器　紫外吸光光度計（測定波長 254nm）
カラム充てん剤　５～10μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル
カラム管　内径３～６mm，長さ 15～25cm のステンレス管
カラム温度　40℃
移動相　水／アセトニトリル／リン酸混液（800：200：１）
流量　ミリシトリンの保持時間が８～12 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用ミリシトリン　ミリシトリン，定量用を見よ。

ミリシトリン，定量用　$C_{21}H_{20}O_{12}\cdot nH_2O$
性　　状　　本品は，淡灰黄～淡黄色の粉末で，ほとんどにおいがない。
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，1,660cm^{-1}，1,605cm^{-1}，1,345cm^{-1}，1,200cm^{-1}及び 970cm^{-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２ml を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100ml とし，紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

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

操作条件

「ヤマモモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

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

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム

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

液体クロマトグラフィー用カラム

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

ユッカフォーム抽出物

Yucca Foam Extract

ユッカ抽出物

定　　義　本品は，ユッカ・ブレビフォリア（*Yucca brevifolia* Engelmann）又はユッカ・シジゲラ（*Yucca schidigera* Roezl ex Ortgies）の全草から得られた，サポニンを主成分とするものである。

含　　量　本品を無水物換算したものは，ユッカサポニン3.0%以上を含む。

性　　状　本品は，黄～褐色の粉末又は褐色の液体で，特異なにおいがある。

確認試験　(1)　無水物換算して0.6gに対応する量の本品を量り，メタノール／水混液（９：１）10mlを加えて激しく振り混ぜた後，ろ過する。ろ液　１μlを量り，対照液を用いず，酢酸エチル／エタノール／水／酢酸混液（40:16:８：１）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約８cmの高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，*p*－アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し，110℃ で10分間加熱した後，観察するとき，Rf値0.4～0.6付近に黄緑～青緑色のスポットが４個以上検出される。ただし，薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110℃で１時間乾燥したものを使用する。

(2)　定量法で得られたＡ液３mlを量り，その溶媒を留去し，酢酸エチル0.1mlに溶かして，検液とする。別に定量法で得られたＢ液を対照液とする。検液及び対照液の２μlずつを量り，ヘキサン／酢酸エチル混液（２：１）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約８cmの高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，*p*－アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し，110℃で10分間加熱した後，観察するとき，検液から得たスポットは，対照液から得た黄緑～青緑色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし，薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110℃で１時間乾燥したものを使用する。

純度試験　(1)　液性　pH3.5～5.0（無水物換算1.0g，水100ml）

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

(3) ヒ素　As_2O_3として2.0μg/g以下（無水物換算1.0g，第３法，装置Ｂ）

水　　分　液体試料　60%以下（0.1g，直接滴定）

粉末試料　8.0%以下（0.1g，直接滴定）

強熱残分　5.0%以下（無水物換算２g）

定 量 法　無水物換算して約0.2gに対応する量の本品を精密に量り，水５mlに溶かし，あらかじめスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂20mlを充てんした内径15mmのガラス管に注ぐ。水100ml，水／メタノール混液（３：２）100mlの順に毎分２ml以内の流量で洗浄した後，メタノール／水混液（９：１）100mlで溶出する。溶出液の溶媒を留去後，残留物をエタノールに溶かして正確に20mlとする。この液10mlを正確に量り，２mol/L塩酸10mlを加え，還流冷却器を付けて水浴中で３時間加熱する。冷後ジエチルエーテル80mlで２回抽出し，ジエチルエーテル層を合わせて水20mlで洗浄した後，無水硫酸ナトリウム20gを加えて脱水後，ジエチルエーテルを留去する。残留物を酢酸エチルに溶かして正確に50mlとし，Ａ液とする。Ａ液１mlを正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に10mlとして，検液とする。別に無水物換算して約５mgに対応する量の定量用サルササポゲニンを精密に量り，酢酸エチルに溶かして正確に５mlとし，Ｂ液とする。Ｂ液１mlを正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に200mlとして，標準液とする。空試験液は酢酸エチルとする。検液，標準液及び空試験液をそれぞれ２mlずつ正確に量り，それぞれに0.5%*p*－アニスアルデヒド・酢酸エチル試液及び硫酸／酢酸エチル混液（１：１）１mlずつを正確に加え，60℃

の水浴中で正確に10分間緩やかに振り混ぜる。室温の水浴中で正確に10分間冷却後，直ちに酢酸エチルを対照液として430nmにおける吸光度を測定する。検液，標準液及び空試験液の吸光度A_T，A_S及びA_Oを求め，次式により含量を求める。

$$\text{ユッカサポニンの含量} = \frac{\text{サルササポゲニンの採取量(g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T - A_O}{A_S - A_O} \times 2.10 \times 100 \ (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用サルササポゲニン　　サルササポゲニン，定量用を見よ。

サルササポゲニン，定量用　$C_{27}H_{44}O_3$

性　　状　本品は，白色の結晶性の粉末で，においはない。

確認試験　本品５mg を量り，酢酸エチル５ml に溶かす。この液２μl につき，ヘキサン／酢酸エチル混液（２：１）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約８cm の高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し，110℃で 10 分間加熱した後，観察するとき，Rf 値 0.55 付近に黄緑～青緑色の主スポットを認める。ただし，薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110℃で１時間乾燥したものを使用する。

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

水　　分　8.0%以下（0.1g，直接滴定）

0.5%　*p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液

0.5%　４-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。

0.5%　４-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液

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

ユッカフォーム抽出物用薄層板

薄層板，ユッカフォーム抽出物用を見よ。

薄層板，ユッカフォーム抽出物用

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径５～７μm）をプレコートした 10cm×10cm の薄層板。

〈参考情報〉

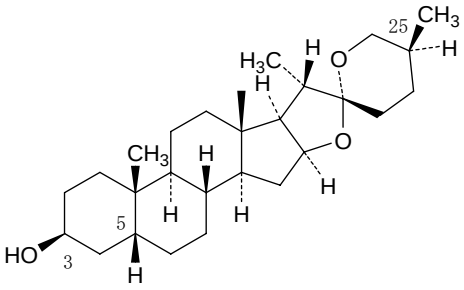
計算式の係数

$$2.10 = \frac{\text{ユッカサポニンのうち、次の化合物の分子量(873.03)}}{\text{サルササポゲニンの分子量(416.64)}}$$

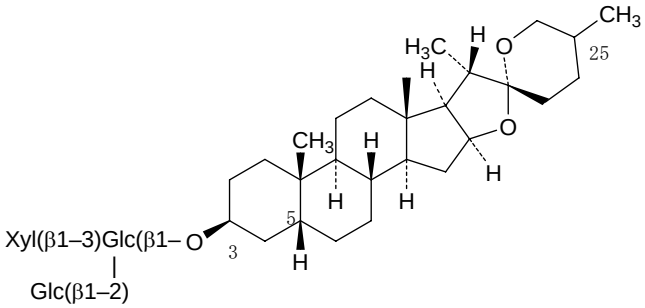
ユッカサポニン含量は、含有サポニンのうち主成分のひとつとされる(25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside ($C_{44}H_{72}O_{17}$ = 873.03)として、量を算出している。

サルササポゲニン (Sarsasapogenin)　化学名は　(25*S*)-5β-spirostan-3β-ol

分子式、分子量は　$C_{27}H_{44}O_3$: 416.64



Sarsasapogenin



(25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl　β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside

サルササポゲニン

シグマ社製 Sarsasapogenin（製品コード　S8534）純度 MIN.98%がある。

スチレン－ジビニルベンゼン系吸着用樹脂

ダイヤイオンＨＰ-20（三菱化学（株）製）がある。

ユッカフォーム抽出物用薄層板

Merck 社製 Silica Gel60 HPTLC プレート　10cm×10cm がある。

ラカンカ抽出物

Luohanguo Extract

ラカンカエキス

定　　義　本品は，ラカンカ（*Siraitia grosvenorii* C.Jeffrey ex A.M.Lu & Zhi Y.Zhang（*Momordica grosvenori* Swingle））の果実から得られた，モグロシド類を主成分とするものである。

含　　量　本品を乾燥したものは，モグロシドⅤ（$C_{60}H_{102}O_{29}$＝1,287.43）20％以上を含む。

性　　状　本品は，淡黄～淡褐色の粉末で，味は甘い。

確認試験　(1) 本品を乾燥し，その５～10mgに，無水酢酸２mlを加え，２分間加温した後，硫酸0.5mlを静かに加えるとき，接界面は赤褐色を呈する。

(2) 本品0.05～0.1gを量り，70vol％メタノール１～３mlに懸濁し，検液とする。別に定量用モグロシドⅤ５～10mgを70vol％メタノール１～３mlに溶かし，対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ２μlずつ量り，メタノール／酢酸ブチル／水混液（15：15：４）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，硫酸（１→10）を均等に噴霧し，105℃で10分間加熱した後，観察するとき，検液から得た数個のスポットのうち１個のスポットは，対照液から得た暗紫色のスポット（モグロシドⅤ）と色調及びRf値が等しい。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを110℃で１時間乾燥したものを使用する。

純度試験　(1) 重金属　Pbとして10μg/g以下（1.0g，第２法，比較液　鉛標準液1.0ml）。

(2) ヒ素　As_2O_3として1.0μg/g以下（2.0g，第１法，装置Ｂ）。

乾燥減量　6.0％以下（105℃，２時間）

強熱残分　2.0％以下

定 量 法　本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，70vol％メタノールに懸濁して正確に100mlとした後，メンブランフィルター（孔径 0.45μm）でろ過し，検液とする。別に定量用モグロシドⅤを乾燥し，その約５mgを精密に量り，70vol％メタノールに溶かして正確に10mlとし，標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μlずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のモグロシドⅤのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式により含量を求める。

$$\text{モグロシドⅤ（}C_{60}H_{102}O_{29}\text{）の含量}=\frac{\text{定量用モグロシドⅤの採取量（g）}}{\text{試料の採取量（g）}}\times\frac{A_T}{A_S}\times10\times100\ (\%)$$

操作条件

検出器　紫外吸光光度計（測定波長　203nm）

カラム充てん剤　５μmの液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

カラム管　内径４～６mm，長さ25～30cmのステンレス管

カラム温度　40℃

移動相　アセトニトリル／水混液（74：26）

流量　モグロシドⅤの保持時間が15～20分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用モグロシドⅤ

モグロシドⅤ，定量用を見よ。

モグロシドⅤ，定量用　$C_{60}H_{102}O_{29}$

性　　状　本品は，白～淡黄色の粉末で，味は甘い。

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

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

操作条件　「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

アミノ化ポリビニルアルコール，液体クロマトグラフィー用を見よ。

アミノ化ポリビニルアルコールゲル，液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用に製造したもの

〈参考情報〉

カラム充てん剤

Shodex Asahipak NH2P-50がある。

ラック色素

Lac　Color

ラッカイン酸

定　　義　本品は，ラックカイガラムシ（*Laccifer* spp.）の分泌液から得られた，ラッカイン酸類を主成分とするものである。

色　　価　本品の色価（$E^{10\%}_{1cm}$）は 1,000 以上で，その表示量の 95～115%を含む。

性　　状　本品は，赤～暗赤色の粉末又は粒で，わずかに特異なにおいがある。

確認試験　(1)　本品の表示量から，色価 1,000 に換算して 0.05g に相当する量をとり，0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 500ml に溶かした液は，帯紫赤色を呈する。

(2)　(1)の溶液 10ml を量り，0.1mol/L 塩酸 20ml を加えるとき，液の色は，だいだい色に変わり，波長 485～495nm に極大吸収部がある。

(3)　本品の表示量から，色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量をとり，エタノール 10ml に溶かした液を遠心分離し，その上澄液を検液とする。検液２μl を量り，対照液を用いず，１-ブタノール／水／酢酸混液（４：２：１）を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い，展開溶媒が約 10cm に上昇したとき展開をやめ，風乾した後，観察するとき，Rf 値 0.4 付近に帯黄赤～赤色のスポットを認める。Rf 値 0.2 付近にも，スポットが認められることがある。これらのスポットの色は，アンモニア水により暗赤紫色に変わる。ただし，ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙２号を使用する。

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

(2)　鉛　Pb として 8.0μg/g 以下（1.25g，第１法）

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

色価測定法　測定する吸光度が 0.3～0.7 の範囲になるように，本品を精密に量り，無水炭酸ナトリウム溶液（１→200）20ml に溶かした後，水を加えて正確に 100ml とする。この溶液５ml を正確に量り，0.1mol/L 塩酸を加えて正確に 50ml とし，必要があれば遠心分離してその上澄液を用い，検液とする。色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

対照液　0.1mol/L 塩酸

測定波長　波長 485～495nm の極大吸収部

ラノリン

Lanolin

羊毛ロウ

定　　義　本品は，ヒツジの毛に付着するろう様物質から得られた，高級アルコールとα-ヒドロキシ酸のエステルを主成分とするものである。

性　　状　本品は，淡黄～微黄褐色の粘性のあるペースト状の物質で，わずかに特異なにおいがある。

確認試験　本品のシクロヘキサン溶液（１→50）１mlを注意して硫酸２mlの上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈し，硫酸層は緑色の蛍光を発する。

純度試験　(1) 融点　37～44℃（融点測定法，第２種物質）

(2) 酸価　1.0以下

本品約５gを精密に量り，エタノール／キシレン混液（１：１）80mlを加えて溶かし，検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし，滴定は温時に行う。

(3) ヨウ素価　18～36

本品約0.8gを500ml共栓付きフラスコに精密に量り，シクロヘキサン10mlに溶かし，検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

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

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

強熱残分　0.10%以下

ラムザンガム

Rhamsan Gum

ラムザン多糖類

定　　義　本品は，スフィンゴモナス属菌（*Sphingomonas* sp.）の培養液から得られた，多糖類を主成分とするものである。ショ糖，ブドウ糖，乳糖，デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性　　状　本品は，類白～類褐色の粉末で，わずかににおいがある。

確認試験　(1)　本品 0.3g を水 100ml に激しくかき混ぜながら徐々に加えるとき，粘稠な液となる。次いで，この溶液を 80℃まで加熱するとき，液の粘稠の程度はほとんど変わらない。

(2)　(1)の 80℃まで加熱した液にカロブビーンガム 0.3g を激しくかき混ぜながら徐々に加え，更に 10 分間かき混ぜた後，約 10℃まで冷却するとき，この液はゲル化しない。

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

(2)　鉛　Pb として 5.0μg/g 以下　(2.0g，第１法)

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

(4)　総窒素　5.0%以下　(乾燥物換算)

本品約 1g を精密に量り，窒素定量中のケルダール法により試験を行う。

(5)　２-プロパノール　0.10%以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の試験法を準用する。ただし，メタノールに関する試験は行わない。

乾燥減量　15.0%以下　(105℃，2.5 時間)

灰　　分　16.0%以下　(乾燥物換算)

微生物限度

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

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム　(純度試験(5))

ジーエルサイエンス株式会社製　Gaskuropack 54 がある。

卵殻焼成カルシウム

Calcinated Eggshell Calcium

定　　義　本品は，焼成カルシウムのうち，卵殻を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

含　　量　本品を強熱したものは，酸化カルシウム（CaO＝56.08）として 95.0%以上を含む。

性　　状　本品は，白～灰白色の粉末である。

確認試験　(1) 本品１g を水で潤すとき発熱し，更にこれに５ml の水を加え懸濁した液は，アルカリ性を呈する。

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

純度試験　(1)　塩酸不溶物　0.50%以下

本品 5.0g を量り，水 100ml を加え，振り混ぜながら，それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後，５分間煮沸する。冷後，定量分析用ろ紙（５種C）でろ過し，ろ紙上の残留物を，洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水でよく洗った後，ろ紙と共に強熱し，残留物の質量を量る。

(2)　炭酸塩　本品 2.0g を量り，水 50ml を加えてよく振り混ぜた後，塩酸（１→４）25ml を加えるとき，著しく泡立たない。

(3)　重金属　Pb として 10μg/g 以下

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

(4) ヒ素　As_2O_3 として 4.0μg/g 以下

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

強熱減量　10.0%以下（900℃，30 分間）

定 量 法　本品を強熱し，その約 1.5g を精密に量り，塩酸（１→４）30ml を加えて溶かし，水を加えて正確に 250ml とし，検液とする。カルシウム塩定量法の第１法により定量する。

0.05mol/L EDTA 溶液１ml＝2.804mg CaO

リゾチーム

Lysozyme

卵白リゾチーム

定　　義　本品は，卵白より，アルカリ性水溶液及び食塩水で処理し，樹脂精製して得られたもの，又は樹脂処理若しくは加塩処理した後，カラム精製若しくは再結晶により得られたもので，細菌の細胞壁物質を溶解する酵素である。

酵素活性　本品を乾燥したものは，１mg当り0.9mg（力価）以上の酵素活性を含む。

性　　状　本品は，白色の粉末で，においはない。

確認試験　本品を酢酸緩衝液（pH5.4）に溶かした液（１→10,000）は，波長279～281nmに極大吸収部がある。

純度試験　(1) 溶状　本品の水溶液（１→100）５mlに必要があれば希塩酸を加えてpH3.0に調整するとき，波長660nmでの透過率は80.0%以上である。

(2) 液性　pH5.0以上（3.0g，水200ml）

(3) 塩化物　塩素 Clとして4.5%以下

本品約0.5gを精密に量り，水50mlを加えて溶かす。この液に10%クロム酸カリウム溶液0.1mlを加え，0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点は，液の色が淡赤褐色を呈するときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液1ml＝3.545mg Cl

(4) 鉛　Pbとして5.0μg/g以下（2.0g，　第１法）

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

乾燥減量　6.0%以下（1.0ｇ，減圧，２時間）

酵素活性測定法

(1) 検液

乾燥した本品約 50mg（力価）に対応する量を精密に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 100ml とする。この液２ml を正確に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 100ml とし，更にこの液２ml を正確に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 50ml とする。

(2) 標準液

リゾチーム標準品約 0.1g をデシケーター中，減圧下で約２時間乾燥した後，約 50mg（力価）に対応する量を精密に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 100ml とする。この液２ml を正確に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 100ml とし，更にこの液２ml を正確に量り，リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に 50ml とする。

(3) 操作法

リゾチーム用基質試液３ml ずつを正確に量り，３本の試験管に入れ，35℃で３分間加温する。別に検液，標準液及びリン酸緩衝液（pH6.2）を 35℃で３分間加温し，その３ml ずつを正確に量り，それぞれをリゾチーム用基質試液を入れた試験管に加え，35℃で 10±0.1 分間反応した後，直ちに水を対照として波長 640nm でそれぞれの吸光度A_T，A_S及びA_0を測定する。試験を３回繰返し，その平均値から次式により酵素活性を計算する。

乾燥した本品中の酵素活性〔mg（力価）/mg〕

$$= \frac{\text{乾燥した標準品の採取量〔mg（力価）〕}}{\text{乾燥した試料の採取量（mg）}} \times \frac{A_0 - A_T}{A_0 - A_S}$$

〈試薬・試液〉

リゾチーム標準品

リゾチーム日本薬局方標準品を用いる。

リゾチーム用基質試液

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

リン酸塩緩衝液（pH6.2）

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

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

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

〈参考情報〉

***Micrococcus luteus* の乾燥菌体**

生化学工業社製　*Micrococcus luteus*（Code No. 450971）がある。

D-リボース

D-Ribose

$C_5H_{10}O_5$　　分子量　150.13

D-Ribofuranose ［50-69-1］

定　　義　本品は，グラム陽性細菌（*Bacillus pumilus*又は*Bacillus subtilis*）によるD-グルコースの発酵培養液より，分離して得られたものである。成分はD-リボースである。成分はD-リボースである。

含　　量　本品を無水物換算したものは，D-リボース（$C_5H_{10}O_5$）90.0～102.0％を含む。

性　　状　本品は，白～淡褐色の結晶又は粉末で，においはないか又はわずかに特異なにおいがある。

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

(2) 本品の水溶液（１→50）は，左旋性である。

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

(2) 鉛　Pbとして10μg/g以下（1.0g，第１法）

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

(4) 他の糖類　定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき，検液のD-リボースの保持時間の２倍までに現れる，D-リボース以外のピークの合計面積は，全ピークの合計面積の10.0％以下である。

水　　分　5.0％以下（１g，直接滴定）

強熱残分　1.0％以下

定 量 法　本品約１g及び定量用D-リボース約１gを精密に量り，それぞれに水を加えて溶かし，正確に50mlとし，検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10μlずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のD-リボースのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式により含量を求める。

D-リボース（$C_5H_{10}O_5$）の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用D-リボースの採取量（g）}}{\text{無水物換算した試料の採取量（g）}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \quad (\%)$$

操作条件

検出器　示差屈折計

カラム充てん剤　約6μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管　内径８mm，長さ25～35cmのステンレス管

カラム温度　80℃

移動相　水

流量　D-リボースの保持時間が約14分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用D-リボース

D-リボース，定量用を見よ。

D-リボース，定量用　$C_5H_{10}O_5$

性状　本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

純度試験(1)　比旋光度［α］$^{20}_{D}$＝－18～－22°

本品約１gを精密に量り，アンモニア試液0.2ml及び水を加えて溶かし，正確に50mlとする。この液について旋光度を測定し，更に無水物換算を行う。

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

操作条件　「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分　1.0%以下（１g，直接滴定）

〈参考情報〉

カラム充てん剤

Shodex SUGAR SC1011がある。

ルチン酵素分解物

Enzymatically Decomposed Rutin

定　　義　本品は，ルチン（抽出物）（アズキ（*Vigna angularis* Ohwi et H.Ohashi）の全草，エンジュ（*Sophora japonica* Linné）のつぼみ若しくは花又はソバ（*Fagopyrum esculentum* Moench）の全草から得られた，ルチンを主成分とするものをいう。）を酵素処理した後，精製して得られたものである。主成分はイソクエルシトリンである。

含　　量　本品を乾燥したものは，イソクエルシトリン（$C_{21}H_{20}O_{12}$＝464.38）91.0～103.0％を含む。

性　　状　本品は，淡黄～黄色の粉末，塊又はペースト状で，わずかに特異なにおいがある。

確認試験　(1)　本品５mg をエタノール 10ml に溶かした液は，黄色を呈し，塩化鉄（Ⅲ）溶液（１→50）１～２滴を加えるとき，液は帯緑褐色に変わる。

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

(3)　本品 0.01g をエタノール 500ml に溶かした液は，波長 258nm 付近及び波長 362nm 付近に極大吸収部がある。

(4)　本品 1.0g をメタノール 20ml に溶かし，必要があればろ過し，検液とする。検液２μl を量り，定量用ルチンのメタノール溶液（１→20）２μl を対照液とし，1-ブタノール／酢酸／水混液（４：２：１）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約 15ｃｍの高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，塩化鉄（Ⅲ）・塩酸試液を噴霧し，観察するとき，定量用ルチンの主スポットよりも大きい Rf 値を示す褐色の主スポットを認める。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110℃で１時間乾燥したものを使用する。

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

(2)　鉛　5.0μg/g 以下（2.0g，第１法）

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

乾燥減量　50.0%以下（135℃，2 時間）

定 量 法　本品を乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。必要があればろ過する。この液４ml を正確に量り，リン酸溶液（１→1,000）を加えて正確に 100ml とし，検液とする。別に定量用ルチンを 135℃，２時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，メタノールに溶かして正確に 100ml とする。この液４ml を正確に量り，リン酸溶液（１→1,000）を加えて正確に 100ml とし，標準液とする。検液及び標準液につき，紫外可視吸光度測定法により，リン酸溶液（１→1,000）を対照として，波長 351nm における吸光度A_T及びA_Sを測定し，次式により含量を求める。

イソクエルシトリン（$C_{21}H_{20}O_{12}$）の含量

$$= \frac{\text{定量用ルチンの採取量（g）} \times 0.761}{\text{試料の採取量（g）}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100\ (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用ルチン　ルチン，定量用を見よ。

ルチン，定量用　$C_{27}H_{30}O_{16}・3H_2O$

性　　状　本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である

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

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

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

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

操作条件

検出器　紫外吸光光度計（測定波長254nm）

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

カラム管　内径３～６mm，長さ15～25cmのステンレス管

カラム温度　40℃

移動相　水／アセトニトリル／リン酸混液（800：200：１）

流量　ルチンの保持時間が８～12分になるように調整する。

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム

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