

D 成分規格・保存基準各条

成分規格・保存基準が定められている添加物は、当該成分規格・保存基準に適合しなければならない。

添加物が組換えDNA技術によって得られた生物を利用して製造された物である場合は、当該物は、厚生労働大臣が定める安全性審査の手続を経た旨の公表がなされたものでなければならない。[遺伝子組換えに係る審査を受けた酵素については、当該酵素の定義の基原に係る規定を適用しない。](#)

亜塩素酸水 (2013年2月1日告示)

Chlorous Acid Water

定義 本品は、~~飽和~~塩化ナトリウム~~飽和~~溶液に塩酸を加え、酸性条件下で、無隔膜電解槽（隔膜で隔てられていない陽極及び陰極で構成されたものをいう。以下同じ。）内で電解して得られる水溶液に、硫酸を加えて強酸性とし、これによって生成する塩素酸に過酸化水素水を加えて反応させて得られる水溶液である。

含量 本品は、亜塩素酸 ($\text{HClO}_2=68.46$) 4.0～6.0%を含む。

性状 本品は、うすい黄緑～黄赤色の透明な液体で、塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 5 ~~mL~~ に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 0.1 ~~mL~~ を加えるとき、液は赤紫色となり、これに硫酸 (1→20) 1 ~~mL~~ を追加するとき、液は淡黄色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1→20) は、波長 258nm～262nm 及び 346nm～361nm に極大吸収部がある。

(3) 本品にヨウ化カリウム・デンプン紙を浸すとき、ヨウ化カリウム・デンプン紙は青変し、次に退色する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として ~~1.0~~ 1 $\mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 比較液 鉛標準液 5.0mL, フレーム方式) ~~本品に 5.0 g を量り、~~硝酸 2 ~~mL~~ 及び塩酸 20 ~~mL~~ を加え、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に硝酸 (1→150) を加えて 正確に 10 ~~mL~~ とし、検液とする。別にまた、鉛標準液 1.0mL を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて正確に 20 ~~mL~~ 10mL とし、比較液とする。~~鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~1.00~~ 0.8 $\mu\text{g/g}$ 以下 (~~2.0~~ 2.5 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 4.0mL, 装置B)

定量法 本品約 5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ とする。この液をガス洗浄瓶に入れ、液が無色となるまで、窒素をガス洗浄瓶に吹き込み、試料液とする。試料液 20 ~~mL~~ を正確に量り、ヨウ素 瓶フラスコ に入れ、硫酸 (1→10) 10 ~~mL~~ を加えた後、ヨウ化カリウム 1 g を加え、直ちに密栓してよく振り混ぜる。ヨウ素 瓶フラスコ の上部にヨウ化カリウム試液 5 ~~mL~~ を入れ、暗所に 15 分間放置する。次に栓を緩めてヨウ化カリウム試液を流し込み、直ちに密栓してよく振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウムで滴定する (指示薬 デンプン試液 5 ~~mL~~)。指示薬は液の色が淡黄色に変化した後に加える。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 1.711mg HClO_2

亜塩素酸ナトリウム

Sodium Chlorite

NaClO₂

分子量 90.44

Sodium chlorite [7758-19-2]

含量 本品は、亜塩素酸ナトリウム (NaClO₂) 70.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 2 ~~mL~~ にリン酸緩衝液 (pH 8) 100 ~~mL~~ を加えた液は、波長 258～262nm 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~~

~~本品 4.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、硝酸 1 mL 及び塩酸 20 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。試料液 25 mL を量り、アンモニア水 (1→6) を加えて中和した後、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

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

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(2) ヒ素 As₂O₃ として 1.00.8 µg/g 以下 (2.5 g, 標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置 B)

本品に水 20 mL を加えて溶かし、硝酸 1 mL 及び塩酸 20 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に水を加えて 25 mL とし、(1) と同様に調製した試料液 25 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 ~~mL~~ とする。この液 20 ~~mL~~ を正確に量り、ヨウ素 ~~ビン~~ フラスコに入れ、硫酸 (3→100) 12 ~~mL~~, 水 20 ~~mL~~ 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓をして暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/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 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 2.261 mg NaClO₂

亜塩素酸ナトリウム液

Sodium Chlorite Solution

含量 本品は、亜塩素酸ナトリウム (NaClO₂ = 90.44) 4.0～25.0% で、その表示量の 95～100% を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品は、アルカリ性である。

(3) 測定する吸光度が 0.2～0.7 の範囲になるように、本品の水溶液 (1→100) の一定量を量り、

リン酸緩衝液 (pH 8) を加えて一定量とした液は、波長 258~262nm に極大吸収部がある。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 10 μ g/g \cdot NaClO₂ 以下~~

~~NaClO₂ として 4.0 g に対応する量の本品を量り、硝酸 2ml 及び塩酸 20ml を加え、水浴上で蒸発濃縮した後、残留物に水を加えて溶かし、50ml とし、試料液とする。試料液 25ml を量り、アンモニア水 (1 \rightarrow 6) を加えて中和し、酢酸 (1 \rightarrow 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 2.0ml を量り、酢酸 (1 \rightarrow 20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2 μ g/g \cdot NaClO₂ 以下 (亜塩素酸ナトリウム (NaClO₂) 2.0 g に対応する量, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)

本品に塩酸 (1 \rightarrow 4) 20ml を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1 \rightarrow 4) 20ml を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(2) ヒ素 As₂O₃ として 1.00.8 μ g/g \cdot NaClO₂ 以下 (亜塩素酸ナトリウム (NaClO₂) 2.5 g に対応する量, 標準色 ヒ素標準液 4.0ml, 装置 B)

本品に硝酸 2 ml 及び塩酸 20ml を加え、水浴上で蒸発濃縮した後、残留物に水を加えて溶かし、25ml とし ~~(1) と同様に調製した試料液 25 ml を量り、~~ 検液とする。装置 B を用いる。

定量法 ~~本品約 10 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、試料液とする。NaClO₂ として約 0.06g/60mg に対応する量の試料液本品を正確精密に量り、ヨウ素ビンフラスコに入れ、硫酸 (3 \rightarrow 100) 12ml を加え液量が約 55ml となるように水を加えた後、ヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓をして暗所に 15 分間放置し、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 1~3ml)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。~~

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 2.261mg NaClO₂

アカキャベツ色素

Red Cabbage Color

ムラサキキャベツ色素

定義 本品は、キャベツ (*Brassica oleracea* Linné *Brassica oleracea* var. *capitata* L.) の葉より弱酸性水溶液で抽出して得られたものであり、シアニジンアシルグリ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_{1cm}^{10%}) 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 0.1 g に相当する量をとり量り、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) の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑~薄い黄緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 520~540nm に極大吸収部がある。

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

~~(2) (1) 鉛 Pb として 8.0 2 μ g/g 以下 (1.25 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)~~

~~(3)~~(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 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 520～540nm の極大吸収部

アガラーゼ

Agarase

定義 本品は、担子菌 (Coriolus 属に限る。) 又は細菌 (Bacillus 属, Pseudomonas 属に限る。) の培養物より得られた、寒天の $\beta-1, 4$ ガラクトシド結合又は $\beta-1, 3$ ガラクトシド結合を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アガラーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5mL に溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アガラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

あらかじめ 80°C で 5 時間減圧乾燥した寒天 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) 約 70mL に入れ、加熱し、沸騰させて溶かした後、 40°C まで冷却し、 40°C で加温を続ける。この液に 40°C で加温した pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製し、 40°C で加温を続ける。

あらかじめ 40°C で加温した基質溶液 0.25mL を量り、あらかじめ 40°C で加温した試料液 0.25mL を加えて直ちに振り混ぜ、 40°C で 10 分間加温した後、3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (アガラーゼ活性試験用) 1.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、この液に水 5mL を加えて振り混ぜ、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離してゲルを沈殿させ、上澄液を

検液とする。別にあらかじめ 40℃ に加温した試料液 0.25mL に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (アガラーゼ活性試験用) 1.5mL 及び基質溶液 0.25mL を加えて振り混ぜ、これを水浴中で 5 分間加熱した後、冷後、検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

アクチニジン

Actinidin

定義 本品は、キウイ (*Actinidia chinensis* Planch.) の果実より得られた、たん白質を分解する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アクチニジン活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

アクチニジン活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 0.50 g を量り、水又は「パパイン」の酵素活性測定法における希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 200mL としたもの、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを氷水中に 1 時間放置した後、試料液とする。なお、本品が溶解又は均一に分散しにくい場合は、氷水中で冷却しながら 10 分間超音波を照射する。

以下、「パパイン」の酵素活性測定法 (ii) 操作法を準用して、吸光度 A_T 及び吸光度 A_b を測定するとき、 A_T は A_b より大きい。

ただし、トリクロロ酢酸試液については、トリクロロ酢酸溶液 (9→500) を用いる。

亜酸化窒素

Nitrous Oxide

N₂O

分子量 44.01

Nitrous oxide [10024-97-2]

定義 本品は、亜酸化窒素を成分とする気体であり、カートリッジ式の耐圧金属製密封容器以外

の耐圧金属製密封容器に入れたものである。

含量 本品は、亜酸化窒素 (N₂O) 97.0vol%以上を含む。

性状 本品は、無色の気体で、においはない。

確認試験 (1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び亜酸化窒素 1 ~~mL~~ ずつにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間と一致する。

純度試験 本品の採取量は、20℃で気圧 101.3kPa の容量に換算したものとする。

(1) 塩化物 本品 10 L を、0.1mol/L 硝酸銀溶液 2.5 ~~mL~~ に水を加えて 50 ~~mL~~ とした液に通し、5 分間放置したときに生じる白濁は、0.1mol/L 硝酸銀溶液 2.5 ~~mL~~ に塩化物イオン標準原液 1 ~~mL~~、~~希硝酸-10%硝酸試液~~ 0.15 ~~mL~~ 及び水を加えて 50 ~~mL~~ にした液を 5 分間放置したときに生じる白濁より濃くない。

(2) ヒ化水素及びリン化水素 ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液 5 ~~mL~~ をネスラー管に入れる。酢酸鉛 (II) 試液で潤した脱脂綿を詰めたガラス管を接続したガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から 2 mm 以内の所に保持し、10 分間で本品 10 L を通すとき、~~ジ~~ ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液の色は変化しない。

(3) 一酸化炭素 本品 5 ~~mL~~ をガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、一酸化炭素のピーク位置にピークを認めない。
操作条件

検出器 熱伝導度型検出器 : 0.1vol% の一酸化炭素を含む水素又はヘリウム 5 ~~mL~~ を導入するとき、ピーク高さが約 10 cm 以上であること。

カラム充てん ~~てん~~ 填剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用ゼオライト

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 水素又はヘリウム

流量 一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように調整する。

(4) 一酸化窒素及び二酸化窒素 総量として 2 ~~mL~~ / L 以下
窒素酸化物測定用検知管を接続した検知管式ガス測定器を用いて、測定する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 ~~mL~~ を、ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、空気のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 3.0 ~~mL~~ を量り、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 ~~mL~~ とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 ~~mL~~ につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積 A_S を求め、次式により含量を求める。

$$\text{亜酸化窒素 (N}_2\text{O) の含量 (vol\%)} = 100 - 3 \times \frac{A_T}{A_S} - (\text{vol\%})$$

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器

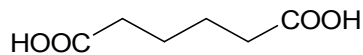
カラム充てん ~~てん~~ 填剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃付近の一定温度
キャリアーガス 水素又はヘリウム
流量 窒素のピークが約2分後に現れるように調整する。

アジピン酸

Adipic Acid



C₆H₁₀O₄

分子量 146.14

Hexanedioic acid [124-04-9]

含量 本品は、アジピン酸 (C₆H₁₀O₄) 99.6~101.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL にアンモニア試液を加えて約 pH 7 とし、~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2~3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 ~~0.05g~~ 50mg を試験管に入れ、~~レゾルシン~~ レゾルシノール ~~0.05g~~ 50mg 及び硫酸 1 mL を加えて振り混ぜ、130℃で10分間加熱した後、冷却しながら水酸化ナトリウム溶液 (3→10) を滴加してアルカリ性とし、更に水を加えて 10 mL とするとき、液は、赤紫色を呈する。

融点 151.5~154℃

純度試験 ~~(1) 融点 151.5~154℃~~

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、塩酸 2ml 及び硝酸 0.4ml を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 1ml 及び水 15ml を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2ml を加え、必要があればろ過し、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(2)~~ (2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

水分 0.20%以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 75 mL を加えて溶かし、0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。

0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 36.54mg C₆H₁₀O₄

亜硝酸ナトリウム

Sodium Nitrite

NaNO₂

分子量 69.00

Sodium nitrite [7632-00-0]

含量 本品を乾燥したものは、亜硝酸ナトリウム (NaNO₂) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の結晶性の粉末又は粒状若しくは棒状の塊である。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.71% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 500 mL とする。この液 10 mL を量り、酢酸 (1 → 4) 3 mL を加えて徐々に加温し、ガスが発生しなくなった後、硝酸 (1 → 10) 6 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に酢酸 (1 → 4) 3 mL, 硝酸 (1 → 10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(3) 硫酸塩 SO₄ として 0.24% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とする。この液 10 mL を量り、塩酸 1 mL を加えて水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1 → 4) 1 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液の調製は、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を量り、塩酸 1 mL を加えて水浴中で蒸発乾固し、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する。

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 10 mL を加えて溶かし、塩酸 1 mL を加えて水浴中で蒸発乾固し、更に塩酸のにおいがなくなるまで水浴中で加熱する。残留物に酢酸 (1 → 20) 2 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、塩酸 1 mL を加えて水浴中で蒸発乾固し、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1 → 4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1 → 4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ 水 5 mL を加えて溶かし、塩酸 2 mL を加えて水浴中で蒸発乾固する。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 3.0% 以下 (100°C, 5 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、これを A 液とする。あらかじめ 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 40 mL を正確に量り、三角フラスコに入れ、これに水 100 mL 及び硫酸 5 mL を加える。A 液 10 mL を正確に量り、ピペットの先を浸しながら加える。5 分間放置した後、0.05 mol/L シュウ酸溶液 25 mL を正確に量って加え、約 80°C に加温し、熱時、過量のシュウ酸を 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 3.450 mg NaNO₂

アシラーゼ

Acylase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus ochraceus*, *Aspergillus melleus* に限る。) の培養物より得られた、N-アシラー-L-アミノ酸を加水分解して L-アミノ酸を生成する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アシラーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アシラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、水又はpH8.0のリン酸緩衝液 (0.02mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍、10000倍、若しくは100000倍に希釈したものを試料液とする。

N -アセチル-DL-メチオニン0.96 gを量り、水20mL及び水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 5 mLを加えて溶かした後、塩酸試液 (0.1mol/L)でpH8.0に調整し、水を加えて50mLとしたものを基質溶液とする。又は、 N -アセチル-DL-トリプトファン1.23 gを量り、水10mL及び水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 10mLを加えて溶かした後、塩酸試液 (0.1mol/L)でpH8.0に調整し、水を加えて50mLとしたものを基質溶液とする。

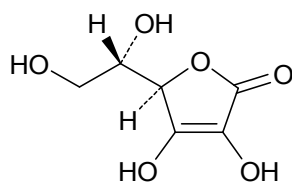
試料液 1 mLを量り、pH8.0のバルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) 2 mL及び塩化コバルト (II) 試液 (0.5mmol/L) 1 mLを加えて 37°C で5分間加温した後、基質溶液 1 mLを加えて振り混ぜる。この液を 37°C で30分間加温した後、1 mLを量り、直ちに水浴中で3分間加熱し、冷後、検液とする。別に試料液 1 mLを量り、pH8.0のバルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) 2 mL及び塩化コバルト (II) 試液 (0.5mmol/L) 1 mLを加えて 37°C で5分間加温した後、基質溶液 1 mLを加えて振り混ぜ、直ちにこの液 1 mLを量り、直ちに水浴中で3分間加熱し冷却し、比較液とする。検液及び比較液につき、ニンヒドリン・2-メトキシエタノール・クエン酸緩衝液試液 2 mL及び塩化スズ (II) 試液0.1mLを加え、水浴中で20分間加熱した後、冷却し、1-プロパノール：水混液 (1 : 1) 10mLを加えて振り混ぜ、波長570nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

L-アスコルビン酸

L-Ascorbic Acid

ビタミンC



$C_6H_8O_6$

分子量 176.12

(5*R*)-5-[(1*S*)-1,2-Dihydroxyethyl]-3,4-dihydroxyfuran-2(5*H*)-one [50-81-7]

含量 本品を乾燥したものは、L-アスコルビン酸 ($C_6H_8O_6$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品 0.1 g にメタリン酸溶液 (1→50) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液 5 ~~mL~~ mL に、液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→1,000) 1 滴及びピロール 1 滴を加えて水浴中で 50～60℃ で 5 分間加温するとき、青～青緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10 ~~mL~~ mL に ~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液~~ 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2 滴を加えた液は、青色を呈し、その色は直ちに消える。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^\circ$ (1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10mL, 乾燥物換算)

融点 187～192℃

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^\circ$ (1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) 融点 187～192℃~~

~~(3) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~ (2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 ~~3~~ μ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.40%以下 (減圧, 3 時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、メタリン酸溶液 (1→50) 50 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.05mol/L ヨウ素溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1 mL)。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 ~~mL~~ mL = 8.806mg $C_6H_8O_6$

アスコルビン酸オキシダーゼ

Ascorbate Oxidase

アスコルベートオキシダーゼ

ビタミンCオキシダーゼ

定義 本品は、ウリ科 (カボチャ属 (*Cucurbita* 属), キュウリ属 (*Cucumis* 属), *Luffa* 属, *Sechium* 属, *Trichosanthes* 属に限る。) の植物, キャベツ (*Brassica oleracea* L.) 若しくはホウレンソウ (*Spinacia oleracea* L.) より, 又は糸状菌 (*Eupenicillium brefeldianum*, *Trichoderma lignorum*)

に限る。)若しくは放線菌 (*Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。)の培養物より得られた、L-アスコルビン酸を酸化する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色、灰～淡緑色の粉末、粒若しくはペースト、又は、無～濃褐色若しくは淡青緑～緑色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アスコルビン酸オキシダーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 μ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アスコルビン酸オキシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水、リン酸水素二ナトリウム試液(0.01mol/L, アルブミン含有)又はリン酸水素二ナトリウム試液(0.2mol/L, アルブミン含有)を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

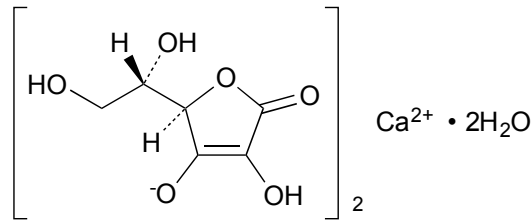
L(+) -アスコルビン酸88mgを量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・塩酸試液(0.001mol/L)を加えて溶かし50mLとする。この液をリン酸二水素カリウム試液(0.2mol/L, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有)で10倍に希釈したものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.5mLを量り、リン酸水素二ナトリウム試液(0.01mol/L)0.5mLを加えて30℃で5分間放置した後、試料液0.1mLを加え直ちに振り混ぜ、30℃で5分間放置する。この液に塩酸試液(0.2mol/L)3mLを加えて混合し、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、リン酸水素二ナトリウム試液(0.01mol/L)0.5mL及び塩酸試液(0.2mol/L)3mLを加えて混合した後、試料液0.1mLを加えて振り混ぜ、30℃で5分間放置したものを比較液とする。検液及び比較液につき、波長245nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

L-アスコルビン酸カルシウム

Calcium L-Ascorbate



$C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$

分子量 426.34

Monocalcium bis{(2*R*)-2-[(1*S*)-1,2-dihydroxyethyl]-4-hydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-3-olate}dihydrate [5743-28-2]

含量 本品は、L-アスコルビン酸カルシウム ($C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に ~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液~~ 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2滴を加えた液は、青色を呈し、その色は直ちに消える。

(2) 本品の水溶液 (1→10) は、カルシウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95 \sim +97^\circ$ (1g, 新たに煮沸し冷却した水, 20mL)

pH 6.0～7.5 (2.0g, 水 20mL)

~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95 \sim +97^\circ$ (1g, 新たに煮沸し冷却した水, 20mL)~~

~~(2) 液性 pH6.0～7.5 (2.0g, 水 20mL)~~

~~(3)~~ (1) 鉛 Pb として 2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (~~5.0g, 第1法 2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式~~)

~~(4)~~ (2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(5)~~ (3) フッ化物 F として 10.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.00g を 正確に 量り、ビーカーに入れ、水 10mL を加えて溶かす。塩酸 (1→10) 20mL を徐々に加え、1分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これに ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1→40) 10mL 及び ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 溶液 (1→4) 15mL を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2→5) で pH5.4～5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210g を量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000mL とし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液 1mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1→40) 10mL 及び ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウ

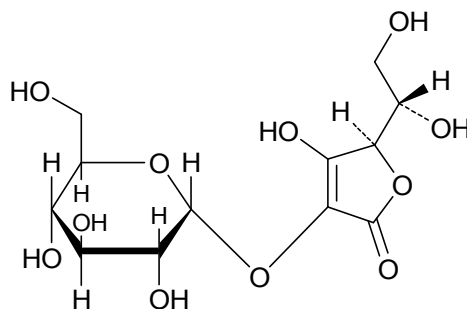
△二水和物溶液（1→4）15mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100mLのメスフラスコに移し、水を加えて100mLとする。この液50mLをポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

定量法 本品約0.2gを精密に量り、メタリン酸溶液（1→50）50mLを加えて溶かし、0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1mL）。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1mL=10.66mg $C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$

L-アスコルビン酸2-グルコシド

L-Ascorbic Acid 2-Glucoside



$C_{12}H_{18}O_{11}$

分子量 338.26

(5R)-5-[(1S)-1,2-Dihydroxyethyl]-4-hydroxy-2-oxo-2,5-dihydrofuran-3-yl
 α -D-glucopyranoside [129499-78-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスコルビン酸2-グルコシド（ $C_{12}H_{18}O_{11}$ ）98.0%以上を含む。

性状 本品は白～帯黄白色の粉末又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

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。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +186.0 \sim +188.0^\circ$ （5g, 水, 100mL, 乾燥物換算）

融点 158～163°C

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +186.0 \sim +188.0^\circ$ （5g, 水, 100mL, 乾燥物換算）~~

~~(2) 融点 158～163°C~~

~~(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下（2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL）~~

(1) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下（2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式）

~~(4)(2) ヒ素 As₂O₃として1.00.8 μ g/g以下（2.02.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液4.0mL, 装置B）~~

乾燥減量 1.0%以下（105°C, 2時間）

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品及び定量用L-アスコルビン酸2-グルコシド約0.5gずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、内標準溶液10mLを正確に加えた後、水を加えて正確に50mLとし、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は5w/v%グリセリン溶液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液及び標準液のグリセリンのピーク面積に対するL-アスコルビン酸2-グルコシドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式

により含量を求める。

$$\frac{\text{L-アスコルビン酸 2-グルコシド (C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_{11}) \text{ の含量 (\%)} \times \text{乾燥物換算した定量用 L-アスコルビン酸 2-グルコシドの採取量 (g)} \times Q_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times Q_S} \times 100$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 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 4～8 mm, 長さ 20～50 cm のステンレス管

カラム温度 35℃

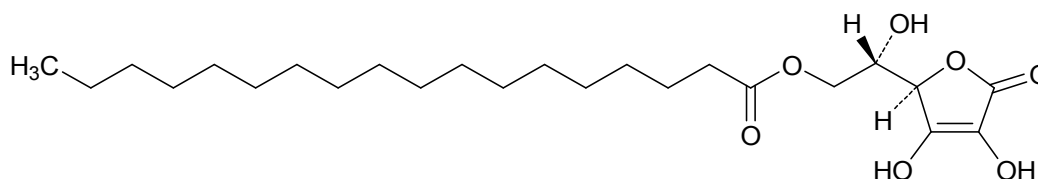
移動相 硝酸 (1→10⁴)

流量 L-アスコルビン酸 2-グルコシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル

L-Ascorbyl Stearate

ビタミンCステアレート



C₂₄H₄₂O₇

分子量 442.59

(2S)-2-[(2R)-3,4-dihydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-2-yl]-2-hydroxyethyl octadecanoate
[25395-66-8]

含 量 本品は、L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル (C₂₄H₄₂O₇) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末である。

- 確認試験 (1) 本品 0.1 g にラウリル硫酸ナトリウム・プロピレングリコール試液 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、この液 5 mL に、液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→10⁴) 1 滴及びピロール 1 滴を加えて 50～60℃ に 5 分間加温するとき、青～青緑色を呈する。
- (2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 10 mL に、2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2 滴を加えた液は、青色を呈し、その色は直ちに消える。

融 点 114～119℃

純度試験 (1) 融点 114～119℃

(2) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)

(1) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装

置B)

強熱残分 0.10%以下

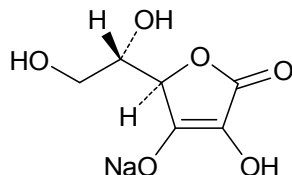
定量法 本品約0.2gを精密に量り、エタノール (95) 30mLを加え、必要があれば加温して溶かし、メタリン酸溶液(1→5) 15mL及び硫酸(1→2) 10mLを加え、更にヨウ素酸カリウム試液 10mLを正確に量って加え、よく振り混ぜて暗所に10分間放置する。この液にヨウ化カリウム試液 10mL及び水 100mLを加え、暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 10mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1mL=22.13mg $C_{24}H_{42}O_7$

L-アスコルビン酸ナトリウム

Sodium L-Ascorbate

ビタミンCナトリウム



$C_6H_7NaO_6$

分子量 198.11

Monosodium (2R)-2[(1S)-1,2-dihydroxyethyl]-4-hydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-3-olate

[134-03-2]

含量 本品を乾燥したものは、L-アスコルビン酸ナトリウム ($C_6H_7NaO_6$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の結晶性の粉末、粒又は細粒で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 (1) 「L-アスコルビン酸」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +103.0 \sim +108.0^\circ$ (1g, 新たに煮沸し冷却した水, 10mL, 乾燥物換算)

pH 6.5~8.0 (2.0g, 水 20mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +103.0 \sim +108.0^\circ$ (1g, 新たに煮沸し冷却した水, 10mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) 液性 pH6.5~8.0 (2.0g, 水 20mL)~~

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

(1) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4) (2) ヒ素 As_2O_3 として4.03 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 0.50%以下 (減圧, 24時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、メタリン酸溶液(1→50) 50mLを加えて溶

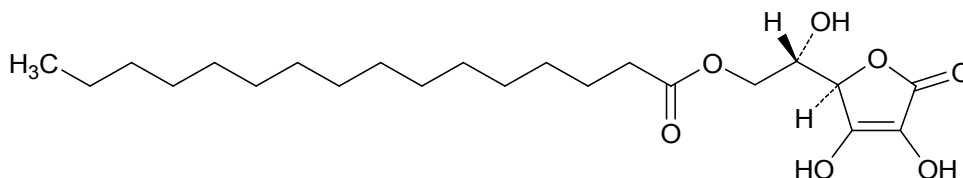
かし、0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1mL）。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1mL = 9.905mg $C_6H_7NaO_6$

L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル

L-Ascorbyl Palmitate

ビタミンCパルミテート



$C_{22}H_{38}O_7$

分子量 414.53

(2S)-2-[(5R)-3,4-Dihydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-2-yl]-2-hydroxyethyl hexadecanoate
[137-66-6]

含量 本品は、L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル ($C_{22}H_{38}O_7$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白～黄白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.1g にラウリル硫酸ナトリウム・プロピレングリコール試液 100mL を加え、加温して溶かす。冷後、この液 5mL に、液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅(II)五水和物溶液 (1→1,000) 1滴及びピロール1滴を加えて 50～60℃に5分間加温するとき、青～青緑色を呈する。

(2) 本品のエタノール(95)溶液 (1→100) 10mL に、~~2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液~~ 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2滴を加えた液は、青色を呈し、その色は直ちに消える。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +21 \sim +24^\circ$ (10g, メタノール, 100mL)

融点 107～117℃

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +21 \sim +24^\circ$ (10g, メタノール, 100mL)~~

~~(2) 融点 107～117℃~~

~~(3) 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)~~

(1) 鉛 Pbとして 2μg/g以下 (5.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10.0mL, フレーム方式)

~~(4)(2) ヒ素 As₂O₃として 4.03μg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.2g を精密に量り、エタノール(95) 30mL を加え、必要があれば加温して溶かし、メタリン酸溶液 (1→5) 15mL 及び硫酸 (1→2) 10mL を加え、更にヨウ素酸カリウム試液 10mL を正確に量って加え、よく振り混ぜて暗所に 10分間放置する。この液にヨウ化カリウム試液 10mL 及び水 100mL を加え、暗所に 5分間放置した後、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 10mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~ml~~ ml = 20.73mg $C_{22}H_{38}O_7$

アスパラギナーゼ (2014年11月17日告示)

Asparaginase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (*A. niger* ASP-72株に限る。) より得られた、アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素である。~~グリセリン、マルトデキストリン又は小麦粉を含むことがある。~~食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

酵素活性 本品は、1 g ~~あるいは1 ml~~ 当たり 2,375 単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、黄～褐色の澄明な液体又はごくうすい灰色若しくはごくうすい黄色を帯びた白色の顆粒である。

確認試験 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5.0 ~~μg~~ μg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 0.8 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸(1→4)を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸(1→4)を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。なお、液体試料及び炭化しにくい試料の場合には、硫酸(1→4)の代わりに硫酸を用いてもよい。試料が炭化した後、必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4) 1ml 及び硝酸 1ml で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4) 10ml を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸(1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に10ml とし、検液とする。なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に100ml とする。この液 4ml を正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10ml とし、比較液とする。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。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 ~~3~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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 50,000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。なお、サルモネラの試験は、「ナイシン」の微生物限度試験を準用する。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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。~~

酵素活性測定法 (4) 基質溶液

~~L-アスパラギン~~ L-アスパラギン 水和物 1.50 g を量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (~~pH5.0~~) を加え、かくはんして完全に溶かした後、更に pH5.0 のクエン酸・水酸

化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~を加えて正確に 100~~mL~~とする。用時調製する。

(2ii) 試料溶液

本品約 2.5 g を精密に量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~ 20~~mL~~を加えて溶かし、更に pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~を加えて正確に 25~~mL~~とする。この液を pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~で希釈して、1 ~~mL~~中に 6 単位を含む液を調製し、試料溶液とする。

(3iii) 比較原液

4,000 単位に対応する量の酵素活性測定用アスパラギナーゼを量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~ 20~~mL~~を加えて溶かし、更に pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~を加えて正確に 25~~mL~~とする。この液を pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~で希釈して、1 ~~mL~~中に 6 単位を含む液を調製し、比較原液とする。

(4iv) 硫酸アンモニウム標準液

硫酸アンモニウム約 3.9 g を精密に量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~ 40~~mL~~を加えて 15 分間かくはんする。更に pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~を加えて 50~~mL~~とし、標準原液とする。標準原液を pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液~~-(pH5.0)~~で 4 倍、6 倍、10 倍、30 倍及び 60 倍に希釈し、硫酸アンモニウム標準液とする。

(5v) 操作法

2 本の試験管に、基質溶液 2.0~~mL~~ずつを入れ、37°C で 10 分間加温する。1 本の試験管に試料溶液 0.100~~mL~~を、もう 1 本の試験管に比較原液 0.100~~mL~~を加えて混和する。これらの試験管を 37°C で正確に 30 分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液 (1 → 4) 0.400~~mL~~を加えて混和し、更に水 2.5~~mL~~を加えて混和する。2 本の試験管からそれぞれ 0.100~~mL~~を量り、水 4.0~~mL~~に加え、~~塩基性フェノール・ニトロプルシド試液~~フェノール・ニトロプルシド試液 (塩基性) 0.850~~mL~~を加えて混合し、アスパラギナーゼ活性試験用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 0.850~~mL~~を加えて 37°C で 10 分間放置した液を検液及び比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として、波長 600nm における吸光度 A_T 及び A_C を測定する。また、別の 2 本の試験管に、基質溶液 2.0~~mL~~ずつを入れ、それぞれにトリクロロ酢酸溶液 (1 → 4) 0.400~~mL~~を加えて混和し、試料溶液又は比較原液 0.100~~mL~~を加えて混和し、37°C で 30 分間加温した後、水 2.5~~mL~~を加えて混和する。これらの液それぞれ 0.100~~mL~~を量り、水 4.0~~mL~~に加え、~~塩基性フェノール・ニトロプルシド試液~~フェノール・ニトロプルシド試液 (塩基性) 0.850~~mL~~を加えて混合し、アスパラギナーゼ活性試験用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 0.850~~mL~~を加えて 37°C で 10 分間放置した液をそれぞれ検液の対照液及び比較液の対照液とする。対照液につき、水を対照として、波長 600nm における吸光度 A_{BT} 及び A_{BC} を測定する。別に、基質溶液 2.0~~mL~~ずつを量り、5 本の試験管に入れ、37°C で 10 分間加温し、試料溶液の代わりに、それぞれの試験管に異なる濃度の硫酸アンモニウム標準液 0.100~~mL~~ずつを加えて、以下検液の調製と同様に操作して得られた液につき、水を対照として、波長 600nm における吸光度を測定する。硫酸アンモニウム標準液の硫酸アンモニウムの濃度と得られた吸光度により検量線を作成し、その傾きを a (~~mL~~/mg) とする。次式により、酵素活性測定用アスパラギナーゼの酵素活性を求め、酵素活性が表示量の 91~109% のとき、

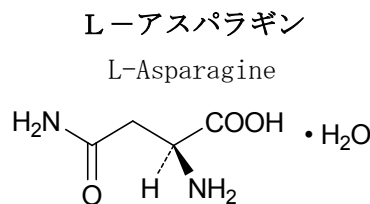
試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 μmol を遊離させる酵素量を 1 単位とする。

$$\text{酵素活性 (単位/g)} = \frac{A \times D_f \times 25 \times 2 \times 10^3}{a \times \text{WM} \times 132.14 \times 30}$$

ただし、A：検液又は比較液の吸光度（ A_T 又は A_C ）から対照液の吸光度（ A_{BT} 又は A_B ）を引いた値

D_f ：試料溶液又は比較原液の希釈係数

WM：試料又は酵素活性測定用アスパラギナーゼの採取量（g）



$C_4H_8N_2O_3 \cdot H_2O$

分子量 150.13

(2S)-2-Amino-3-carbamoylpropanoic acid monohydrate ~~〔70-47-3, 無水物〕~~ 〔5794-13-8〕

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスパラギン（ $C_4H_8N_2O_3=132.12$ ）98.0～102.0% を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→~~1,000~~）5 ~~mL~~にニンヒドリン溶液（1→50）1 ~~mL~~を加え、水浴中で3分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液（1→10）5 ~~mL~~を加え、水浴中で加温するとき、発生するガスは、水で湿した赤色リトマス紙リトマス紙（赤色）を青変する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +33.0 \sim +36.5^\circ$ (10 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

pH 3.5～5.5 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +33.0 \sim +36.5^\circ$~~

~~本品約 10 g を精密に量り、6 mol/L 塩酸を加えて溶かして正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2)(1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 50 mL)~~

~~(3) 液性 pH 3.5～5.5 (1.0 g, 水 100 mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (0.07 g 70 mg, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 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, フレーム方式)

~~(6)(4) 砒素 As_2O_3 として 4.0 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 砒素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

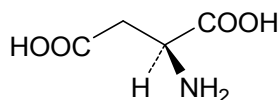
乾燥減量 11.5～12.5% (130℃, 3 時間)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かし、酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL）を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.21 mg $C_4H_8N_2O_3$

L-アスパラギン酸
L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$

分子量 133.10

(2S)-2-Aminobutanedioic acid [56-84-8]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスパラギン酸 ($C_4H_7NO_4$) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

(2) 本品の 1 mol/L 塩酸溶液 5 mL (1→25) 5 mL に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、泡立って無色のガスを発生する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +24.0 \sim +26.0^\circ$ (8 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

pH 2.5~3.5 (飽和水溶液)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +24.0 \sim +26.0^\circ$~~

~~本品約 8 g を精密に量り、6 mol/L 塩酸を加えて溶かして正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 1 mol/L 塩酸 20 mL)~~

~~(3) 液性 pH 2.5~3.5 (飽和水溶液)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (0.07 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)~~

~~(3) 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, フレーム方式)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(6) (4) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

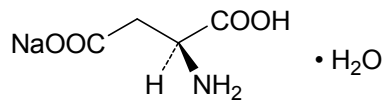
乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 6 mL を加えて溶かし、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.31 mg $C_4H_7NO_4$

L-アスパラギン酸ナトリウム
Monosodium L-Aspartate



$C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$

分子量 173.10

Monosodium (2S)-2-aminobutanedioate monohydrate [3792-50-5]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスパラギン酸ナトリウム ($C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +18.0 \sim +21.0^\circ$ (4 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

pH 6.0～7.5 (1.0 g, 水 20mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +18.0 \sim +21.0^\circ$ (4 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~)~~

~~(3) 液性 pH6.0～7.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Clとして 0.041%以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.35 ~~mL~~)~~

~~(5) 重金属 Pbとして 20 μ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(6) (4) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 3 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 0.30%以下 (減圧, 5時間)

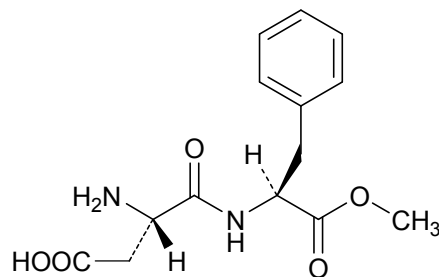
定量法 本品約 0.1 g を精密に量り, ギ酸 3 ~~mL~~ 及び酢酸 100 ~~mL~~ を加え, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ = 8.655mg $C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$

アスパルテーム

Aspartame

L- α -アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル



$C_{14}H_{18}N_2O_5$

分子量 294.30

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

含量 本品を乾燥物換算したものは、アスパルテーム (C₁₄H₁₈N₂O₅) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき、~~3, 330~~cm⁻¹, 1,737cm⁻¹, 1,666cm⁻¹, 1,379cm⁻¹, 1,227cm⁻¹及び699cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収~~帯~~を認める。

(2) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +14.5 \sim +16.5^\circ$ (2 g, ギ酸試液 (15mol/L) 50mL, 乾燥物換算)

ただし、30分以内に測定する。

pH 4.5~6.0 (1.0 g, 水 125mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +14.5 \sim +16.5^\circ$ (2 g, 15mol/L ギ酸, 50mL, 乾燥物換算)~~

~~ただし、30分以内に測定する。~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (0.20 g, 塩酸 (1→60) 20 ~~mL~~ mL)~~

~~(3) 液性 pH 4.5~6.0~~

~~本品 1.0 g を量り, 水を加えて溶かして 125mL とした液について測定する。~~

~~(4) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 ~~3~~ µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

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

~~本品 0.010g を量り, 栓付試験管に入れ, シリル化試液 1.0mL を加え, 栓をして振り混ぜ, 80°C で 30分間加温した後, 15秒間振り混ぜ, 放冷し, 検液とする。別に 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸メタノール溶液 (1→20,000) 3.0mL を量り, 栓付試験管に入れ, 水浴上で蒸発乾固し, 残留物にシリル化試液 1.0mL を加え, 以下検液の場合と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 3.0µL 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とき, 検液の 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク高さは, 比較液の 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク高さを超えない。~~

~~操作条件~~

~~検出器 水素炎イオン化検出器~~

~~カラム 充てん剤~~

~~液相 担体に対して 3% のメチルシリコーンポリマー~~

~~担体 149~177µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

~~カラム管 内径 3~4mm, 長さ 2m のガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 195~205°C の一定温度~~

~~キャリアーガス ヘリウム又は窒素~~

~~流量 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸が約 7~9分後に現れるように調整する。~~

本品 0.10 g を量り, 水/メタノール混液 (9 : 1) 20mL に溶かし, 検液とする。別に 5-ベンジル-3, 6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸 25mg をメタノール 10mL を加えて溶かし, 水を加

えて100mLとし、比較原液とする。比較原液15mLを量り、水/メタノール混液(9:1)を加えて50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ20 μ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク面積は、比較液の5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸のピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 10 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ250mmのステンレス管

移動相 リン酸二水素カリウム5.6gを水820mLに溶かし、メタノール180mLを加える。

流量 2mL/分

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

本品0.50gを量り、クエン酸緩衝液(pH2.2)を加えて溶かして100 μ mLとし、検液とする。別にL- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル溶液(1 \rightarrow 50,000)10 μ mLを量り、クエン酸緩衝液(pH2.2)を加えて100 μ mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ等量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のL- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク高さは、比較液のL- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルのピーク高さを超えない。

操作条件

検出器 可視吸光光度計(測定波長 570nm)

カラム充填剤 17 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径9mm, 長さ55cmのガラス管

カラム温度 55 $^{\circ}$ C

移動相 クエン酸緩衝液(pH5.28)

流量 1 μ mL/分

反応コイル 内径0.5mm, 長さ29mのテフロン管

反応槽温度 100 $^{\circ}$ C

~~ニンヒドリン・エチレンジリコールモノメチルエステル試液~~ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液の流量 0.5 μ mL/分

検液及び比較液の注入量 50~500 μ Lの一定量

乾燥減量 4.5%以下(105 $^{\circ}$ C, 4時間)

強熱残分 0.20%以下

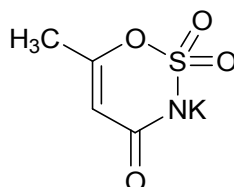
定量法 本品約0.3gを精密に量り、ギ酸3 μ mLを加えて溶かし、酢酸50 μ mLを加え、直ちに0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬 ~~α -ナフトールベンゼイン試液~~p-ナフトールベンゼイン試液0.5 μ mLを用いる場合の終点は、液の褐色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1 μ mL=29.43mg C₁₄H₁₈N₂O₅

アセスルファムカリウム

Acesulfame Potassium

アセスルファムK



$C_4H_4KNO_4S$

分子量 201.24

Potassium 6-methyl-4-oxo-4H-1,2,3-oxathiazin-3-ide 2,2-dioxide [55589-62-3]

含量 本品を乾燥したものは、アセスルファムカリウム ($C_4H_4KNO_4S$) 99.0~~~101.0~~%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品 ~~0.010g~~10mg に水 ~~1,000mL~~を加えて溶かした液は、波長 225~229nm に極大吸収部がある。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品 0.2 g に酢酸 (3→10) ~~2 mL~~及び水 ~~2 mL~~を加えて溶かし、~~コバルチ亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~試液数滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

pH 5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 ~~5.0 mL~~)

~~(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして 10µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(4)(2) 鉛 Pbとして 1.0~~1µg/g以下 (~~10.0 g, 第1法~~4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(3) 砒素 As₂O₃として 4.0~~3µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 砒素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(6)(4) フッ化物 Fとして 3.0µg/g以下~~

本品 2.00 g を正確に量り、ビーカーに入れ、水 ~~10 mL~~を加えてしばらくかき混ぜる。その後、塩酸 (1→20) ~~20 mL~~を徐々に加えて溶かす。この液を加熱し、1分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これにエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液 (1→40) ~~10 mL~~及びクエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物溶液 (1→4) ~~15 mL~~を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2→5) で pH5.4~5.6 に調整する。この液を ~~100 mL~~のメスフラスコに移し、水を加えて ~~100 mL~~とする。この液約 ~~50 mL~~をポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 ~~200 mL~~を加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて ~~1,000 mL~~とし、ポリエチレン製容器に入れ、比較原液とする。使用時に、比較原液 3

mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて $1,000mL$ とする。この液 $2mL$ を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、~~エチレンジアミン四酢酸三ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→4） $10mL$ 及び~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物溶液（1→4） $15mL$ を加えて混合する。塩酸（1→10）又は~~水酸化ナトリウム溶液（4→10）~~水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を $100mL$ のメスフラスコに移し、水を加えて $100mL$ とする。この液約 $50mL$ をポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

~~(7)~~(5) 他の紫外線吸収物質 アセスルフアムカリウムとして $20\mu g/g$ 以下

本品約 $1g$ を精密に量り、水を加えて溶かして正確に $100mL$ とし、検液とする。検液を水で $50,000$ 倍に希釈し、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うとき、検液で得られた主ピークの保持時間の3倍の時間以内の、主ピーク以外のピークの面積の合計は、比較液で得られた主ピークの面積を超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光度計（測定波長 $227nm$ ）

カラム充てん剤 $3\sim 5\mu m$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 $4.6mm$ 、長さ $25cm$ のステンレス管

カラム温度 $40^{\circ}C$

移動相 ~~$0.01mol/L$ 硫酸水素テトラブチルアンモニウム~~試液（ $0.01mol/L$ ）／アセトニトリル混液（3：2）

流量 $1mL/分$

カラムは、本品 ~~$0.010g$~~ $10mg$ 及び「パラオキシ安息香酸エチル」 ~~$0.010g$~~ $10mg$ をそれぞれ量り、水に溶かして混液とし、更に水を加えて $1,000mL$ とした液 $20\mu L$ を量り、上記の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、両者のピークが相互に分離するものを用いる。

乾燥減量 1.0% 以下（ $105^{\circ}C$ 、2時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 $0.15g$ を精密に量り、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、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液2滴）を用いる場合の終点は、液の色が濃いこい青色を経て緑色が30秒以上持続するときとする。別に空試験を行い補正する。

$0.1mol/L$ 過塩素酸液 $1mL=20.12mg$ $C_4H_4KNO_4S$

アセチル化アジピン酸架橋デンプン

Acetylated Distarch Adipate

定義 本品は、デンプンを無水酢酸及び無水アジピン酸でエステル化して得られたものである。

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の懸濁液（1→20）にヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。

(2) 本品 $2.5g$ を、塩酸（1→10） $10mL$ 及び水 $70mL$ を加えて懸濁し、還流冷却管を付けて約3時間加熱する。冷後、この液 $0.5mL$ 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。

(3) 本品 $0.5g$ に炭酸ナトリウム試液 $10mL$ を加えて5分間煮沸し、~~希硫酸~~ 10% 硫酸試液 $10mL$

を加えるとき、酢酸のにおいを発する。

純度試験 (1) アジピン酸基 0.135%以下

(i) 総アジピン酸測定用検液

本品約 1 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 50 mL を加え、更に内標準溶液 1 mL を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウム溶液(4→25) 50 mL を加え、5 分間振とうする。ただし、内標準溶液は、グルタル酸 0.10 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。三角フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20 mL を注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移し、三角フラスコを少量の水で洗い、洗液を分液漏斗に入れる。酢酸エチル 100 mL ずつで 3 回抽出し、酢酸エチル層を合わせ、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物を酢酸エチル 50 mL で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、6.7kPa の減圧下、40℃以下で酢酸エチルを留去し、さらに窒素気流で酢酸エチルを完全に除去する。酢酸エチルの留去はできるだけ速やかに行う。次いで、残留物にピリジン 2 mL 及び ~~N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセタミド~~ N,O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 1 mL を加えて栓をし、残留物を溶解する。1 時間放置後、2 mL をガラス製のバイアル瓶にとり、直ちに密封し、総アジピン酸測定用検液とする。

(ii) 遊離アジピン酸測定用検液

本品約 5 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100 mL を加え、更に内標準溶液 1 mL を正確に加える。1 時間振とう後、メンブランフィルター(孔径 0.45µm)でろ過し、ろ液に塩酸 1 mL を加え、分液漏斗に移す。ただし、アルファー化デンプン及び水可溶デンプンの場合は、メンブランフィルターでろ過せず、懸濁液に塩酸 1 mL を加え、分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用検液の調製と同様に操作し、遊離アジピン酸測定用検液とする。

(iii) 標準液

アジピン酸 0.10 g を正確に量り、温湯 90 mL に溶かし、室温まで冷却した後、正確に 100 mL とする。この液 1 mL, 5 mL, 10 mL 及び 20 mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし、4 濃度の標準原液とする。4 個の共栓三角フラスコに、同じ植物を基原とする未加工デンプン 1.0 g ずつを量り、水 50 mL を加え、更に内標準溶液 1 mL を正確に加える。各フラスコに、濃度の異なる標準原液 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウム溶液(4→25) 50 mL を加え、5 分間振とうする。各フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20 mL を注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用試験溶液検液と同様に操作し、4 濃度の標準液とする。

総アジピン酸測定用検液、遊離アジピン酸測定用検液及び 4 種類濃度の標準液をそれぞれ 1 mL 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。4 種類濃度の標準液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比と標準液に含まれるアジピン酸の量から検量線を作成する。総アジピン酸測定用検液及び遊離アジピン酸測定用検液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比を求め、検量線より両検液中のアジピン酸の量(g)を求める。次式によりアジピン酸基の含量を求める。

$$\text{アジピン酸基の含量 (\%)} = \left(\frac{C_T}{W_M_T} - \frac{C_F}{W_M_F} \right) \times 100 \text{ (\%)} -$$

ただし、 C_T ：総アジピン酸測定用検液中のアジピン酸の量（g）

C_F ：遊離アジピン酸測定用検液中のアジピン酸の量（g）

WM_T ：総アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料の採取量（g）

WM_F ：遊離アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料の採取量（g）

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250℃

カラム 内径 0.25mm, 長さ 15m の ケイ酸ガラス製の細管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 50%ジフェニル-50%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。

カラム温度 120℃で 5分保持, ~~そのした後,~~ 150℃まで毎分 5℃で 150℃まで昇温する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (30 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 アジピン酸の保持時間が約 8分に, グルタル酸の保持時間が約 5分になるように調整する。

(2) アセチル基 2.5%以下

本品約 5 g を精密に量り, 共栓三角フラスコに入れ, 水 50 mL を加えて懸濁する。ただし, アルファー化デンプン及び水可溶デンプンについては, 水の量は 100 mL とする。フェノールフタレイン試液数滴を加え, 液が 微紅赤色 を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) を 滴下 滴加する。0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25 mL を正確に加え, 栓をして, 30 分間激しく振り混ぜる。栓を取り, すり合わせ部分及びフラスコの内壁を少量の水で洗い込み, 検液とする。検液中の過量の水酸化ナトリウムを 0.2mol/L 塩酸で滴定し, その消費量を S mL とする。終点は液の 微紅赤色 が消えるときとする。別に 0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25 mL を 0.2mol/L 塩酸で滴定し, その消費量を B mL とする。次式により, アセチル基の含量を求める。

$$(B - S) \times 0.2 \times 0.043$$

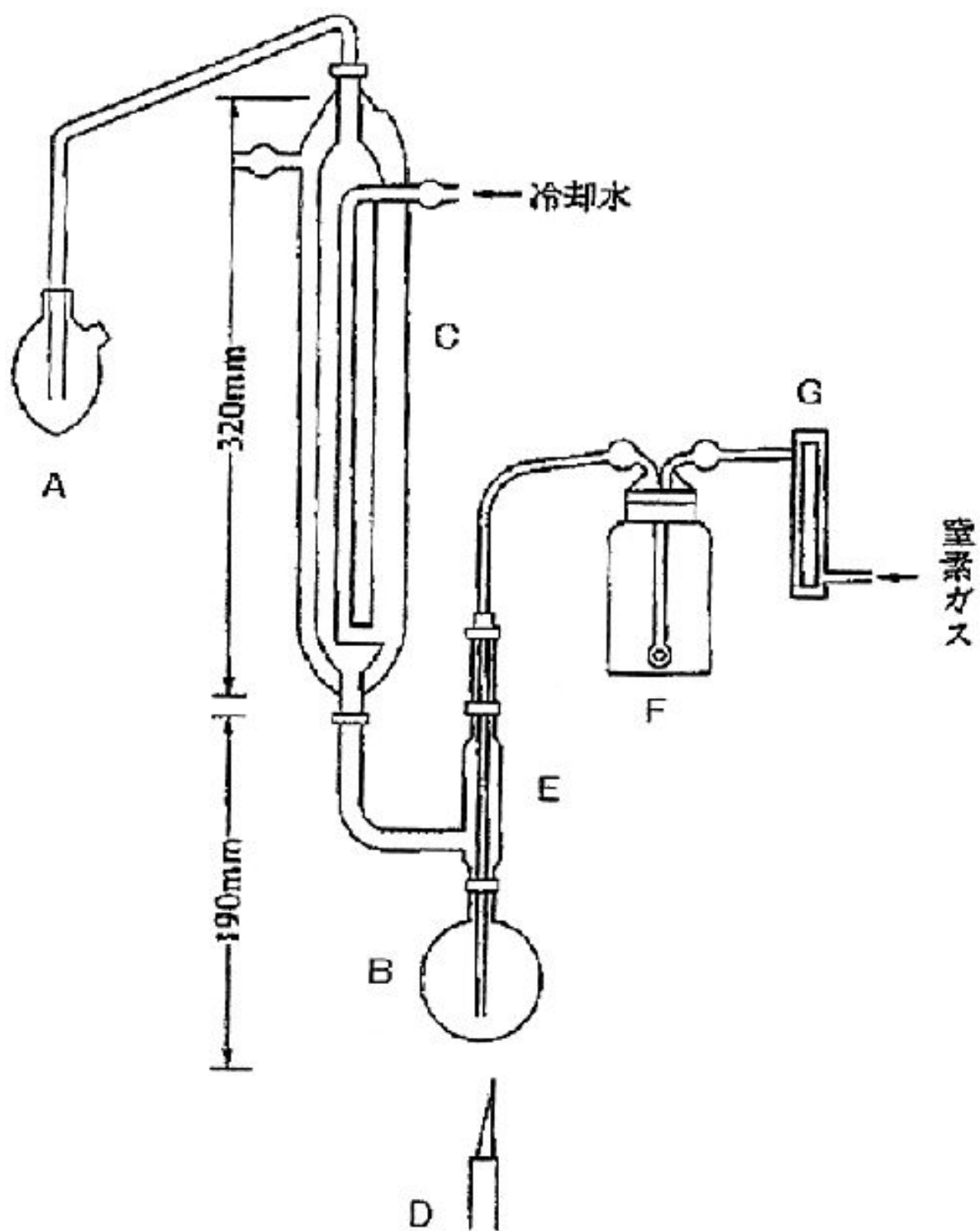
$$\text{アセチル基 (CH}_3\text{CO}^-) \text{ の含量 } (\%) = \frac{\quad}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

(3) 鉛 Pb として 2.0 μ g/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5) 二酸化硫黄 50 μ g/g 以下

(i) 装置 概略は, 次の図による。



- A : 50mL ナシ型フラスコ
- B : 100mL 丸底フラスコ
- C : 二重冷却管
- D : ミクロバーナー
- E : ガラスキャピラリー
- F : 脈流防止瓶

G：流量計

(ii) 操作法

あらかじめ装置を組み立て、フラスコAに ~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 20 ~~mL~~ mL を入れ、装置に取り付ける。次にフラスコBに蒸留水 20 ~~mL~~ mL、ジメドン試液 1 ~~mL~~ mL、アジ化ナトリウム溶液 (1→100) 1 ~~mL~~ mL、エタノール (99.5) 2 ~~mL~~ mL、シリコーン樹脂 2 滴及びリン酸 (3→10) 10 ~~mL~~ mL を入れ、装置に取り付ける。窒素ガスを流量計Gを通じて1分間に0.5~0.6Lの速さで5分間通気する。次にフラスコBをはずし、本品2.0gを正確に量り、速やかに入れ、フラスコBを再び装置に取り付け、窒素ガスを1分間に0.5~0.6Lの速さで流しながら、マイクロバーナーDの 高さを4~5cmとし炎の先端をフラスコBの底にあたる位置に保持し、フラスコBを約10分間加熱する。フラスコAをはずし、フラスコAの溶液を検液とする。検液5 ~~mL~~ mL を正確に量り、水0.1 ~~mL~~ mL を加えたものをA液とし、別に、検液5 ~~mL~~ mL を正確に量り、過酸化水素 (1→100) 0.1 ~~mL~~ mL を加えたものをB液とする。A液及びB液のそれぞれにパラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液1 ~~mL~~ mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜ、室温で15分間放置後、それぞれの液につき、~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) を対照とし、波長580nmにおける吸光度 (A_A 及び A_B) を測定する。別に、亜硫酸水素ナトリウム0.1625gを 正確に 量り、~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) に溶かして100 ~~mL~~ mL とする。この液1 ~~mL~~ mL を正確に量り、~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) で500 ~~mL~~ mL とする。この液0 ~~mL~~ mL、1 ~~mL~~ mL、2 ~~mL~~ mL、3 ~~mL~~ mL、4 ~~mL~~ mL 及び5 ~~mL~~ mL をそれぞれ正確に量り、それぞれに ~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) を加えてそれぞれ正確に5 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。標準液5 ~~mL~~ mL ずつをそれぞれ正確に量り、検液と同様に操作し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度 ($A_A - A_B$) から、検液中の二酸化硫黄濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求め、次式により二酸化硫黄の含量 ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める。

$$\text{二酸化硫黄の含量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \frac{\text{検液中の二酸化硫黄濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 20}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \quad \text{---} (\mu\text{g}/\text{g}) \text{---}$$

乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C~~, 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

アセチル化酸化デンプン

Acetylated Oxidized Starch

Acetylated Oxidized Starch [68187-08-6]

定義 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化して得られたものである。

性状 本品は、白~類白色の粉末、薄片又は顆粒でわずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

(4) カルボキシ基

本品 ~~0.05g~~ 50mg をメチレンブルー溶液 (1→100) 25 ~~mL~~ mL に懸濁し、時々かくはんしながら5

～10 分間放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物を水で洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するでん粉粒を認める。ただし、アルファー化デンプンについては、本品 ~~0.05g~~50mg をメチレンブルー・メタノール溶液（1→100）25~~mL~~mL に懸濁し、一晩放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物をメタノールで洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するでん粉粒の断片を認める。

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) カルボキシ基 1.3%以下

本品 3.00 g を正確に量り、ビーカーに入れる。ただし、本品は、必要があれば、あらかじめ、吸湿しないように注意しながらすりつぶし、標準網ふるい 850 μ m を通過させ、よく混合したものをを用いる。塩酸（1→120）25~~mL~~mL を加え、時々かき混ぜながら 30 分間放置した後、吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込む。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洗浄する。残留物をビーカーに入れ、水 300~~mL~~mL を加えて懸濁し、かくはんしながら水浴中で加熱して糊化させ、更に 15 分間加熱する。水浴から取り出し、熱いうちに 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、その消費量を S ~~mL~~mL とする（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に同量の試料を量り、ビーカーに入れ、水 10~~mL~~mL を加えて懸濁し、30 分間かくはんする。懸濁液を吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込み、ろ紙上の残留物を水 200~~mL~~mL で洗う。残留物に水 300~~mL~~mL を加えて懸濁し、以下本試験と同様に操作し、その消費量を B ~~mL~~mL とする。ただし、アルファー化デンプンについては、塩酸（1→120）の代わりに塩酸 ~~0.80~~80vol% エタノール溶液（9→1,000）を、水の代わりに 80vol% エタノール溶液を用い、必要があれば、吸引ろ過にフィルターホルダーを用いる。次式よりカルボキシ基の含量を求める。

$$(S - B) \times 0.45$$

$$\text{カルボキシ基 (} -\text{COOH) の含量 (\%)} = \frac{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}}{\text{---}} \text{--- (\%)} - \text{--- (\%)}$$

ただし、バレイショデンプンを基原とするもの場合は、「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用し、リンの含量 P% を求め、その寄与分を次式により算出し、先に求めたカルボキシ基の含量より差し引いて補正する。

$$\text{リンによる寄与 (\%)} = \frac{2 \times 45.02 \times P}{30.97} \text{--- (\%)} - \text{--- (\%)}$$

- (3) 鉛 Pb として ~~2.0~~2 μ g/g 以下 (~~5.0~~2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)
- (4) ヒ素 As₂~~O₃~~として ~~4.0~~3 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)
- (5) 二酸化硫黄 50 μ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C~~, 13.3kPa 以下, 120°C, 4 時間)

アセチル化リン酸架橋デンプン
Acetylated Distarch Phosphate

定 義 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リン及び無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル（アルファー化デンプンの場合を除く） 0.1 μ g/g以下

乾燥物換算して5.0gに対応する量の本品を量り、かくはん子を入れた20 mL の専用バイアル瓶に入れ、水5 mL を正確に加えて密栓し、20分間かくはんし、検液とする。別に、水を入れた100 mL のメスフラスコに、酢酸ビニル0.10gを正確に量り、水を加えて溶かし、100 mL とする。この液1 mL を正確に量り、水を加えて正確に100 mL とする。この液1 mL を正確に量り、水を加えて正確に100 mL とし、標準原液とする。この液5 mL を正確に量り、乾燥物換算して5gに対応する量の同じ植物を基原とする未加工デンプン及びかくはん子を入れた20 mL の専用バイアル瓶に加えて密栓し、20分間かくはんし、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の酢酸ビニルのピーク面積は、標準液の酢酸ビニルのピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

カラム 内径0.25mm、長さ10mの~~ケイ酸ガラス製の細管~~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スチレンジビニルベンゼンポリマーを3 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 90～110 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$

注入方式 スプリット（10：1）

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 酢酸ビニルのピークが9～11分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70 $^{\circ}\text{C}$

バイアル内平衡時間 30分間

(3) リン Pとして0.14%以下

本品約10gを精密に量り、蒸発皿に入れ、酢酸亜鉛試液10 mL を試料に均一になるように加える。ホットプレート上で注意しながら蒸発乾固し、温度を上げて炭化する。その後、電気炉に入れ、炭化物がなくなるまで、550 $^{\circ}\text{C}$ で1～2時間加熱する。冷後、水15 mL を加え、器壁を硝酸（1→3）5 mL で洗い込む。加熱して沸騰させ、冷後、200 mL のメスフラスコに移し、蒸発皿を水20 mL ずつで3回洗い、洗液を合わせ、水を加えて200 mL とする。この液の、Pとして1.5mgを超えない一定量V mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、硝酸（1→3）10 mL 、バナジン酸試液10 mL 、~~加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液~~加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液10 mL を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に

100~~mL~~とし、10 分間放置した後、検液とする。別に、~~リン酸~~~~カリウム~~リン標準液 10~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~とする。この液 5~~mL~~、10~~mL~~及び 15~~mL~~を正確に量り、それぞれ 100~~mL~~のメスフラスコに入れ、それぞれのフラスコに、硝酸（1→3）10~~mL~~、バナジン酸試液 10~~mL~~及び~~加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液~~~~加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液~~ 10~~mL~~を混和し、水を加えて正確に 100~~mL~~とし、10 分間放置し、標準液とする。硝酸（1→3）10~~mL~~、バナジン酸試液 10~~mL~~及び~~加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液~~~~加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液~~ 10~~mL~~を混和し、水を加えて正確に 100~~mL~~とし、10 分間放置した液を対照液とし、検液及び標準液の 460nm における吸光度を測定し、得られた検量線から検液中のリン濃度を求め、次式によりリンの含量を求める。

$$\text{リン (P) の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のリン濃度 (mg/mL)} \times 2000}{V \times \text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \quad \text{---(\%)} \quad \text{---}$$

- (4) 鉛 Pb として ~~2.0~~2 µg/g 以下 (~~5.0~~2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)
 (5) ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)
 (6) 二酸化硫黄 50µg/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C~~, 13.3kPa 以下, 120°C, 4 時間)

アセトアルデヒド

Acetaldehyde

Ethanal

H₃C—CHO

C₂H₄O

分子量 44.05

Acetaldehyde [75-07-0]

含 量 本品は、アセトアルデヒド (C₂H₄O) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.330 \sim 1.364$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.330 \sim 1.364$~~

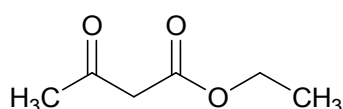
~~(2)~~ 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件~~(2)~~ (3)により定量する。ただし、検液は、5℃で少なくとも 30 分間冷却したマイクロシリンジを用いて注入する。

保存基準 密封容器にほとんど全満し、空気を不活性ガスで置換し、5℃以下で保存する。

アセト酢酸エチル

Ethyl Acetoacetate



$C_6H_{10}O_3$

分子量 130.14

Ethyl 3-oxobutanoate [141-97-9]

含量 本品は、アセト酢酸エチル ($C_6H_{10}O_3$) ~~98.0~102.0%~~97.5%以上を含む。

性状 本品は、無色~~透明な~~澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.418\sim1.421$

比重 $d_{25}^{25}=1.024\sim1.029$

~~**純度試験** (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.418\sim1.421$~~

~~(2) 比重 $1.027\sim1.032$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 30vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) 遊離酸 本品15mlを量り、新たに煮沸し冷却した水15mlを加えて2分間振り混ぜて放置する。水層10mlを量り、フェノールフタレイン試液2滴及び0.1mol/L水酸化カリウム溶液3.4mlを加えるとき、液は、紅色を呈する。~~

純度試験 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

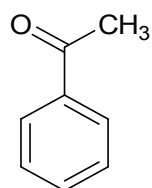
定量法 本品約0.8gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。

0.5mol/L塩酸1ml=65.07mg $C_6H_{10}O_3$

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

アセトフェノン

Acetophenone



C_8H_8O

分子量 120.15

1-Phenylethanone [98-86-2]

含量 本品は、アセトフェノン (C_8H_8O) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶塊又は無色若しくはわずかに黄色を帯びた透明無~淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.530\sim1.535$

比重 $d_{25}^{25}=1.022\sim 1.028$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.532\sim 1.534$~~

~~(2) 凝固点 $18\sim 20^{\circ}\text{C}$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 60vol%エタノール4.0mL)~~

~~(4) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

定量法 ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、加熱時間は、1時間とする。0.5mol/L塩酸1mL=60.08mg $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}$~~

本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

α -アセトラクタートデカルボキシラーゼ

α -Acetolactate Decarboxylase

定義 本品は、細菌 (*Bacillus licheniformis*, *Bacillus subtilis*, *Serratia* 属に限る。) の培養物より得られた、 α -アセト乳酸のカルボキシ基を離脱する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、 α -アセトラクタートデカルボキシラーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

α -アセトラクタートデカルボキシラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料、希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

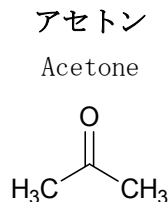
本品0.50gを量り、ME S緩衝液 (0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 6.0mLに2-アセトキシ-2-メチルアセト酢酸エチル0.1mLを加えて室温で20分間かくはんした後、ME S緩衝液 (0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有) 約40mLを加え、0.5mol/L塩酸でpH 6.0に調整する。この液に同緩衝液を加え50mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.040mLを量り、30°Cで8分間加温し、あらかじめ30°Cに加温した試料液を0.040mLを加えて30°Cで11分間放置した後、直ちにナフトール・クレアチン試液0.080mLを加えて4分間放置し、検

液とする。別に試料液の代わりにあらかじめ30℃に加温したMES緩衝液(0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有)を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長510nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。



C₃H₆O

分子量 58.08

Propan-2-one [67-64-1]

含量 本品は、アセトン(C₃H₆O) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色澄明な揮発性の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品の水溶液(1→200) 1 mLに水酸化ナトリウム溶液(1→25) 1 mLを加えて温湯中で加温し、次にヨウ素試液3滴を加えるとき、直ちに黄色の沈殿を生じる。

比重 $d_{20}^{20}=0.790\sim 0.795$

沸点 55.5~57.0℃(第1法)

純度試験 ~~(1) 比重 0.790~0.795~~

~~(2) 沸点 55.5~57.0℃(第1法)~~

~~(3)~~ (1) 易酸化物 本品 30 mLを量り、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 0.10 mLを加えるとき、液の紅赤色は15分以内に消えない。

~~(4)~~ (2) フェノール 本品 3.0 mLを量り、るつぼに入れ、約60℃で蒸発乾固し、亜硝酸ナトリウム・硫酸溶液(1→50) 3滴を加えて2~3分間放置し、更に注意して水酸化ナトリウム溶液(2→25) 3 mLを加えるとき、着色しない。

~~(5)~~ (3) 蒸発残留物 0.0016w/v%以下

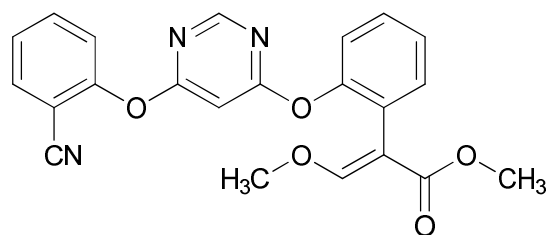
本品 125 mLを量り、注意しながら蒸発した後、残留物を105℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

定量法 本品約1gを精密に量り、あらかじめ水 20 mLを入れたフラスコに入れ、水を加えて正確に 1,000 mLとする。この液 10 mLを正確に量り、共栓フラスコに入れ、水酸化ナトリウム溶液(1→25) 25 mLを加えて5分間放置する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液 25 mLを正確に量って加え、栓をして10分間冷暗所に放置した後、硫酸(3→100) 30 mLを加え、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 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1 mL=0.9680mg C₃H₆O

アゾキシストロビン (2013年3月12日告示)

Azoxystrobin



$C_{22}H_{17}N_3O_5$

分子量 403.39

Methyl (E)-2- [2- [6-(2-cyanophenoxy)pyrimidin-4-yloxy] phenyl] -3-methoxyacrylate [131860-33-8]

含 量 本品は、アゾキシストロビン ($C_{22}H_{17}N_3O_5$) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～黄赤色の粉末で、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ペースト法により測定するとき、波数 $2,230\text{cm}^{-1}$, $1,625\text{cm}^{-1}$, $1,587\text{cm}^{-1}$, $1,201\text{cm}^{-1}$, $1,155\text{cm}^{-1}$ 及び 840cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 融点 $114\sim 119^\circ\text{C}$

(2) 鉛 Pbとして $2.0\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g , 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL , フレーム方式)

~~本品 2.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸(1→4)を加えて試料全体を潤した後、ホットプレート上で、徐々に温度を上げながら硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸(1→4)を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。容器に蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて $500\sim 600^\circ\text{C}$ で灰化するまで強熱する。残留物に塩酸(1→4) 10 mL を入れ、水浴上で蒸発乾固する。その残留物に少量の硝酸(1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。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。~~

水 分 0.50% 以下 ($2.0\text{ }\text{g}$, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品及び定量用アゾキシストロビン約 $0.05\text{ g}\sim 50\text{ mg}$ ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、正確に 100 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $10\text{ }\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。

操作条件

~~検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260 nm)~~

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

~~カラム管 内径 4.6 mm , 長さ 15 cm のステンレス管~~

~~カラム温度 40°C~~

~~移動相 水/アセトニトリル混液 (11:9)~~

~~流量 アゾキシストロビンの保持時間が約 15 分 になるように調整する。~~

検液及び標準液のアゾキシストロビンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

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

$$= \frac{\text{定量用アゾキシストロビンの採取量 (g)}}{\text{検液及び標準液のアゾキシストロビンのピーク面積 } A_T \text{ 及び } A_S \text{ を測定し、次式により含量を求める。}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

試料の採取量 (g)

A_s

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 260nm)

カラム充填剤 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 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40℃

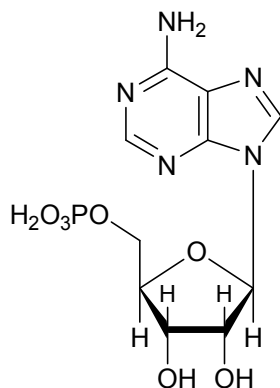
移動相 水/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量 アゾキシストロビンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

5´-アデニル酸

5´-Adenylic Acid

アデノシン 5´-リン酸



C₁₀H₁₄N₅O₇P

分子量 347.22

Adenosine 5´-monophosphoric acid [61-19-8]

定 義 本品は、酵母 (*Candida utilis* に限る。) の菌体より、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は5´-アデニル酸である。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、5´-アデニル酸 (C₁₀H₁₄N₅O₇P) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 ~~0.010g~~10mg を塩酸 (1→1,000) ~~1,000mL~~1mL に溶かした液は、波長 255~259nm に極大吸収部がある。

(2) 本品 0.25 g を水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~1 mL~~1mL に溶かし、水 ~~5 mL~~5mL を加えた液に、マグネシア試液 ~~2 mL~~2mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 ~~7 mL~~7mL を加え、10 分間煮沸した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~2 mL~~2 mL を加えて溶かし、水を加えて ~~10 mL~~10mL とし、検液とする。

~~(2) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 8mL 及び水 30mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (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 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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

(4) 吸光度比 本品 ~~0.010g~~10mg を量り、塩酸 (1→1000) を加えて溶かし、1000 ~~mL~~とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.82~0.88, A_3/A_2 は 0.19~0.23 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 0.5 ~~mL~~を加えて溶かし、水を加えて 20 ~~mL~~とし、検液とする。検液 1 ~~mL~~を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6 : 5 : 2) 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、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。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 (蛍光剤入り) を担体とし、 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

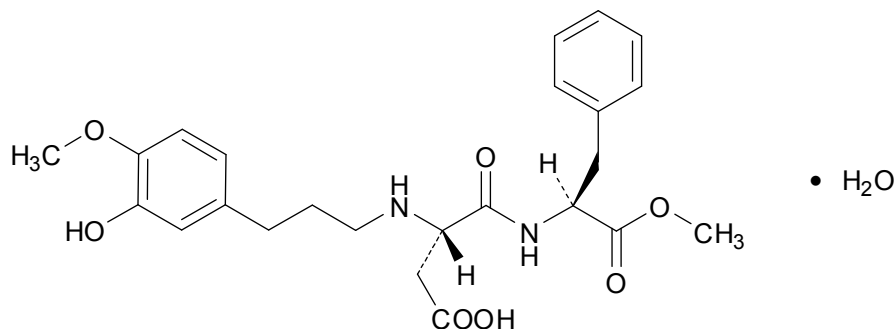
乾燥減量 6.0%以下 (120°C , 4時間)

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 1 ~~mL~~を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 ~~mL~~とする。この液 2 ~~mL~~を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 200 ~~mL~~とし、検液とする。波長 257nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$5\text{-アデニル酸}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_5\text{O}_7\text{P})\text{の含量}(\%) = \frac{0.2 \times 2.315 \times A}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

アドバンテーム (2014年6月18日告示)

Advantame



$\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$

分子量 476.52

Methyl *N*-[3-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl)propyl]-*L*- α -aspartyl-*L*-phenylalaninate monohydrate
[714229-20-6]

含量 本品を無水物換算したものは、アドバンテーム ($\text{C}_{24}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}_7 = 458.50$) 97.0~102.0%

を含む。

性状 本品は、白～帯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)~~ **比旋光度** $[\alpha]_D^{20} = -39 \sim -46^\circ$ (0.2 g, エタノール (99.5), 100mL, 無水物換算)

~~(2)~~ **純度試験(1)** 鉛 Pbとして ~~1.0~~ $\mu\text{g/g}$ 以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 4.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸(1→4)を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸(1→4)を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。試料が炭化した後、必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4) 1ml及び硝酸1mlで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4) 10mlを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸(1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に10mlとし、検液とする。なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製ビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液1mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液4mlを正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mlとしたものを比較液とする。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)~~ **(2)** アドバンテームアシッド 1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別にアドバンテームアシッド約0.1gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)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う。検液及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式によりアドバンテームアシッドの量を求める。

$$\text{アドバンテームアシッドの量 (\%)} = \frac{WM}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S}$$

ただし、 WM : アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 50℃付近の一定温度

移動相A ~~リン酸=カリウム~~リン酸二水素カリウム 13.6gを水1,000mLに溶かし、リン酸でpH2.8に調整する。この液900mLにアセトニトリル100mLを加える。

移動相 B ~~リン酸—カリウム~~リン酸二水素カリウム 13.6 g を水 1,000mL に溶かし、リン酸で pH2.8 に調整する。この液 400mL にアセトニトリル 600mL を加える。

濃度勾配 A : B (85 : 15) で 30 分間保持し、A : B (85 : 15) から (75 : 25) までの直線濃度勾配を 25 分間行う。更に、A : B (75 : 25) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 20 分間行い、A : B (0 : 100) で 15 分間保持する。

流量 1.0mL/分

(4)(3) アドバンテームアシッド以外の類縁物質 1.5%以下

純度試験(3)(2)の検液及び標準液を検液及び標準液とし、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。検液のアドバンテーム及びアドバンテームアシッドのピーク以外のピークの合計面積 A_{sum} 及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積 A_s を測定し、次式によりアドバンテームアシッド以外の類縁物質の量を求める。ただし、面積測定範囲はアドバンテームアシッドの保持時間の3倍までとする。

$$\text{アドバンテームアシッド以外の類縁物質の量 (\%)} = \frac{WM}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{sum}}{A_s}$$

ただし、WM: アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件 純度試験(3)の操作条件を準用する。

水分 5.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (550°C, 3時間)

定量法 本品約 0.04g 40mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に定量用アドバンテーム約 0.04g 40mg を精密に量り、検液の調製と同様に操作して、標準液とする。ただし、内標準溶液は、安息香酸 0.04g 40mg を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて 50mL としたものを用いる。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。検液及び標準液の安息香酸のピーク面積に対するアドバンテームのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

アドバンテーム ($C_{24}H_{30}N_2O_7$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用アドバンテームの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 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 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 A ~~リン酸—カリウム~~リン酸二水素カリウム 13.6 g を水 1,000mL に溶かし、リン酸で pH2.8 に調整する。この液 750mL にアセトニトリル 250mL を加える。

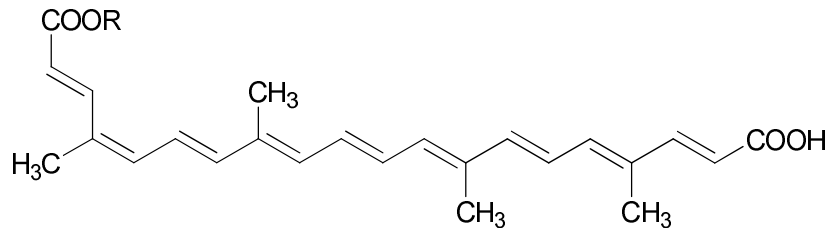
移動相 B ~~リン酸—カリウム~~リン酸二水素カリウム 13.6 g を水 1,000mL に溶かし、リン酸で pH2.8 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL を加える。

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 20 分間保持し, A : B (100 : 0) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 5 分間行い, A : B (0 : 100) で 5 分間保持する。

流量 1.0 ~~mL~~ mL / 分

アナトー色素 (新規)

Annatto Extract



ノルビキシン : R = H

ビキシン : R = CH₃

定 義 本品は、ベニノキ (*Bixa orellana* L.) の種子の被覆物から得られたもので、ノルビキシンを主成分とするものとビキシンを主成分とするものがあり、それぞれをノルビキシン及びビキシンと称する。デキストリン、乳糖又は食用油脂を含むことがある。

ノルビキシン

Norbixin

C₂₄H₂₈O₄

分子量 380.48

(2E, 4Z, 6E, 8E, 10E, 12E, 14E, 16E, 18E)-4, 8, 13, 17-tetramethylicos-2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18-nonaenedioic acid [626-76-6]

含量 (色価) 本品は、ノルビキシン (C₂₄H₂₈O₄) として 15%以上又は色価 (E_{1cm}^{10%}) 4305 以上で、

その表示量の 90~120%を含む。

性 状 本品は、赤褐~暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、ノルビキシン含量15%に換算して0.1gに相当する量を量り、水50mLを加えて振り混ぜるとき、ほとんど溶けない。

(2) 本品の表示量から、ノルビキシン含量15%に換算して10mgに相当する量を量り、N, N-ジメチルホルムアミド25mLに溶かした後、必要があれば遠心分離又はろ過し、アセトニトリル25mLを加えて検液とする。別に、ノルビキシン10mg及びビキシン10mgを量り、それぞれをN, N-ジメチルホルムアミド25mLに溶かした後、それぞれの溶液5mLに、N, N-ジメチルホルムアミドを加えて25mLとし、アセトニトリル25mLを加えて標準液とする。検液及び標準液それぞれ10μLずつを量り、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、標準液のノルビキシンのピークの保持時間と一致する。ただし、測定範囲は、ビキシンのピークの溶出が終わるまでとする。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 460nm)

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

カラム管 内径 4～5 mm, 長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13 : 7)

流量 1.0～1.5mL/分の一定量

(3) 本品を水酸化カリウム溶液 (1→200) に溶かした液は, 波長 448～456nm 及び 476～484nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(3) 水銀 Hg として 1.0 μg/g 以下

本品 1.0 g を量り, 硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え, 還流冷却器を付け, 5 時間穏やかに加熱する。溶液が澄明にならない場合は, 冷後, 硝酸 5 mL を加え再び加熱する。必要があれば硝酸 5 mL の添加を繰り返す。冷後, 水 10 mL 及び過マンガン酸カリウム 1.5 g を加え, 水浴上で加熱する。溶液が紫色を呈しない場合は, 更に過マンガン酸カリウムを加え, この操作を繰り返す。冷後, 紫色が消えるまで塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (1→5) を加えた後, 水を加えて正確に 150 mL とし, 検液とする。別に水銀標準液 10 mL を正確に量り, 硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え, 以下検液の調製と同様に操作して得られた液を比較液とする。原子吸光光度法 (冷蒸気方式) により試験を行う。検液及び比較液をそれぞれ, 原子吸光分析装置の検水瓶に入れ, 塩化スズ (II)・塩酸試液 10 mL を加え, 直ちに原子吸光分析装置に連結し, 密閉状態でポンプを作動させて空気を循環し, 次の操作条件で, 吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7nm

キャリアーガス 空気

定量法 (色価測定) 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。色価又は色価を 287 で除してノルビキシンの含量を求める。

操作条件

測定溶媒 水酸化カリウム溶液 (1→200)

測定波長 波長 476～484nm の極大吸収部

ビキシン

Bixin

C₂₅H₃₀O₄

分子量 394.50

(2E, 4E, 6E, 8E, 10E, 12E, 14E, 16Z, 18E)-20-methoxy-4, 8, 13, 17-tetramethyl-20-oxoicosa-2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18-nonaenoic acid [6983-79-5]

含量 (色価) 本品は、ビキシシ (C₂₅H₃₀O₄) として 25%以上又は色価 (E_{1cm}^{10%}) 7725 以上で、その表示量の 90~120%を含む。

性状 本品は、赤褐~暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、ビキシシ含量 25%に換算して 40mg に相当する量を量り、水 50mL を加えて振り混ぜるとき、ほとんど溶けない。

(2) 本品の表示量から、ビキシシ含量 25%に換算して 20mg に相当する量を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、必要があれば遠心分離又はろ過し、この溶液 5 mL に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とし、更にアセトニトリル 25mL を加えて検液とする。別に、ビキシシ 10mg を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、この溶液 5 mL に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とし、更にアセトニトリル 25mL を加えて標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 μ L ずつを量り、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、標準液のビキシシ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 460nm)

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

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1 \rightarrow 50) 混液 (13 : 7)

流量 1.0~1.5mL/分の一定量

(3) 本品をアセトンに溶かした液は、波長 452~460nm 及び 482~490nm に極大吸収部がある。

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

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

(3) 水銀 Hg として 1.0 μ g/g 以下

「ノルビキシシ」の純度試験(3)を準用する。

定量法 (色価測定) 色価測定法により試験を行う。色価又は色価を 309 で除してビキシシの含量を求める。ただし、検液は次のように調製する。本品を精密に量り、テトラヒドロフラン 10mL を加えて溶かし、更にアセトンを加えて正確に 100mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100mL とし、検液とする。次の操作条件により測定を行う。

操作条件

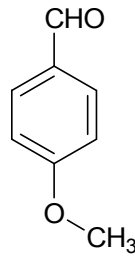
測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 482~490nm の極大吸収部

アニスアルデヒド

Anisaldehyde

パラメトキシベンズアルデヒド



$C_8H_8O_2$

分子量 136.15

4-Methoxybenzaldehyde [123-11-5]

含量 本品は、アニスアルデヒド ($C_8H_8O_2$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品5滴に亜硫酸水素ナトリウム試液1mlを加えて振り混ぜるとき、結晶塊となり、更に水7mlを加えて振り混ぜるとき、ほとんど透明に溶ける。~~ 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.570\sim 1.574$

比重 $d_{25}^{25}=1.119\sim 1.127$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.570\sim 1.574$~~

~~(2) 比重 1.122～1.127~~

~~(3) 溶状 透明 (1.0ml, 60vol%エタノール5ml)~~

~~(4) 酸価 6.0以下 (香料試験法)~~

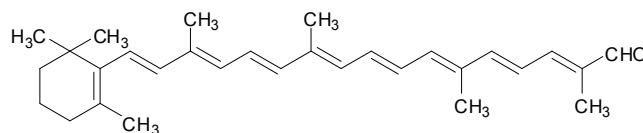
定量法 ~~本品約0.8gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1ml=68.07mg $C_8H_8O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

β -アポ-8'-カロテナル (2014年6月18日告示)

β -Apo-8'-carotenal



$C_{30}H_{40}O$

分子量 416.64

(2E, 4E, 6E, 8E, 10E, 12E, 14E, 16E)-2, 6, 11, 15-Tetramethyl-17-(2, 6, 6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl) heptadeca-2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16-octaenal [1107-26-2]

含量 本品は、 β -アポ-8'-カロテナル ($C_{30}H_{40}O$) 96.0%以上を含む。

性状 本品は、金属光沢があり、暗紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品のアセトン溶液 (1→20,000) は、だいたい色を呈する。この液 5 mL に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 1 mL, 続けて 0.5mol/L 硫酸 1 mL を加えるとき、直ちに脱色される。

(2) 定量法の検液は、波長 461nm 付近及び 488nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 2.0 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 2.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸 1 mL を加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450～600℃ で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸 (1→4) 1 mL 及び硝酸 1 mL で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。なお、500℃ 以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL としたものを比較液とする。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。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 吸光度比 定量法の検液の波長 461nm 及び 488nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき、 A_2/A_1 は 0.80～0.84 である。

(4) 副成色素 3% 以下

本品 0.010 g 10 mg を量り、テトラヒドロフラン (BHT 含有) を加えて溶かして 100 mL とする。この液 1 mL を量り、エタノール (95) を加えて 10 mL とし、検液とする。検液 10 µL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、主ピーク以外のピークを副成色素のピークとしてその面積百分率を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 6 倍までとする。

操作条件

検出器 可視吸光度計 (測定波長 463nm)

カラム充填剤 5 µm の液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 ジブチルヒドロキシルエン・2-プロパノール溶液 (1→400) 20 mL に *N*-エチル-*N*-(1-メチルエチル)プロパン-2-アミン 0.2 mL, 酢酸アンモニウム溶液 (1→500) 25 mL, アセトニトリル 45 mL 及びメタノール 45 mL を加えて混合し、更にメタノールを加えて 1,000 mL とする。用時調製する。

流量 主ピークの保持時間が 7～9 分になるように調整する。

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.04 g 40 mg を精密に量り、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、シクロヘキサン

を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に100mLとし、検液とする。検液につき、シクロヘキサンを対照として波長461nm付近の極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により含量を求める。

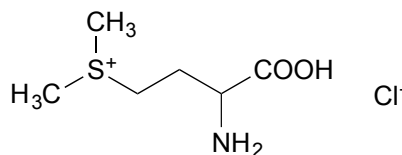
$$\beta\text{-アポー8'-カカロテナール (C}_{30}\text{H}_{40}\text{O) の含量 (\%)} \\ = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2,640} \times 100$$

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

(3-アミノ-3-カルボキシプロピル)ジメチルスルホニウム塩化物

(2012年12月28日告示)

(3-Amino-3-carboxypropyl)dimethylsulfonium chloride



C₆H₁₄ClNO₂S

分子量 199.70

(3-Amino-3-carboxypropyl)dimethylsulfonium chloride [3493-12-7]

含量 本品を乾燥したものは、(3-アミノ-3-カルボキシプロピル)ジメチルスルホニウム塩化物 (C₆H₁₄ClNO₂S) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は粉末で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を減圧デシケーター中で3時間乾燥し、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。ただし、窓板は塩化ナトリウムを使用する。

純度試験—融点 138~143°C (分解)

定量法 本品を減圧デシケーター中で3時間乾燥した後、その約0.3gを精密に量り、水70mL及び0.1mol/L塩酸1mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化カリウム溶液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。ただし、第1変曲点と第2変曲点の間の0.1mol/L水酸化カリウム溶液の消費量より求める。

0.1mol/L水酸化カリウム溶液1mL=19.970mg C₆H₁₄ClNO₂S

アミノペプチダーゼ

Aminopeptidase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus oryzae*, *Rhizopus oryzae*に限る。), 酵母 (*Pseudozyma hubeiensis*に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。) 又は細菌 (*Aeromonas caviae*, *Bacillus licheniformis*, *Lactobacillus casei*, *Lactococcus lactis*に限る。) の培養物より得られた、たん白質及びペプチドをアミノ末端から分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アミノペプチダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アミノペプチダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 0.50 g を量り、pH4.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し、50mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

L-グルタミル-L-チロシル-L-グルタミン酸 55mg を量り、水を加えて溶かし 50mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1 mL を量り、37°Cで 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加え振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして 37°Cで 60 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、この液 0.1mL を量り、o-フタルアルデヒド試液 (ペプチダーゼ活性試験用) 3 mL を加えて室温で 5 分間放置し、検液とする。別に試験管に基質溶液 1 mL を量り、37°Cで 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして直ちに水浴中で 5 分間加熱する。冷後、この液 0.1mL を量り、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 340nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

第2法

本品 0.50 g を量り、水、塩化亜鉛試液又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、同試液又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

L-ロイシル-p-ニトロアニリド塩酸塩又はL-プロリン p-ニトロアニリド トリフルオロ

酢酸塩 59mg を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) , pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) , pH8.3 のトリス緩衝液 (0.1mol/L) 又はトリス緩衝液 (0.1mol/L, pH8.0, 塩化カルシウム含有) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 4 mL を量り、37°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて振り混ぜ、同温度で 10 分間又は 30 分間加温し、冷後、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 405nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

第 3 法

本品 0.50 g を量り、水、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L) 又はリン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 硫酸亜鉛含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

L-ロイシル-グリシル-グリシン又はL-アラニル-プロリル-グリシン 30mg を量り、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 50mL とする。この液を pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) で 10 倍に希釈したものを基質溶液とする。用時調製する。

栓付試験管に基質溶液 1 mL を量り、37°C で 5 分間加温し、試料液 0.1mL を加えて混和し、37°C で 60 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱し、室温まで冷却する。この液にニンヒドリン・2-メトキシエタノール・クエン酸緩衝液試液 2 mL 及び塩化スズ (II) 試液 0.1mL を加え、栓をして水浴中で 20 分間加熱し、冷後、1-プロパノール (1→2) 10mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に栓付試験管に試料液 0.1mL を量り、水浴中で 5 分間加熱し、冷後、基質溶液 1 mL を加えて混和し、37°C で 5 分間加温した後、室温まで冷却する。この液にニンヒドリン・2-メトキシエタノール・クエン酸緩衝液試液 2 mL 及び塩化スズ (II) 試液 0.1mL を加え、栓をして水浴中で 20 分間加熱し、冷後、1-プロパノール (1→2) 10mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、調製後 5～30 分以内に波長 570nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

α-アミラーゼ

α-Amylase

液化アミラーゼ

G 3 分解酵素

定 義 本品は、麦芽、又は糸状菌 (*Aspergillus aureus*, *Aspergillus foetidus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*に限る。)、放線菌 (*Saccharomonospora viridis*, *Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*, *Thermomonospora viridis*に限る。)若しくは細菌 (*Alcaligenes latus*, *Arthrobacter* 属, *Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus circulans*, *Bacillus licheniformis*, *Bacillus stearothermophilus*, *Bacillus subtilis*, *Cellulosimicrobium cellulans*, *Microbacterium imperiale*, *Paenibacillus alginolyticus*, *Sulfolobus solfataricus*に限る。)の培養物より得られた、デンプン等の α-1, 4-グルコシド結合を加水分解して低分子化する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)

る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、 α -アミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験(1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

α -アミラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品0.50 gを量り、水又は α -アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したもの、若しくは本品を試料液とする。

あらかじめ105°Cで2時間乾燥したバレイショデンプン1.0 gを量り、水20mLを加え、水酸化ナトリウム試液(2 mol/L) 5 mLをかくはんしながら徐々に加えて糊状とする。次に、かくはんしながら水浴中で3分間加熱した後、水25mLを加える。この液を冷却後、塩酸試液(2 mol/L)及び塩酸試液(0.1 mol/L)を加えて中和し、 α -アミラーゼ活性試験用緩衝液10mLを加え、更に水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液10mLを量り、37°Cで10分間加温し、試料液1 mLを加えて混和し、37°Cで10分間加温する。この液1 mLを量り、塩酸試液(0.1 mol/L)又は硫酸(1→1800) 10mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液0.5mLを量り、ヨウ素・ヨウ化カリウム試液(0.2 mmol/L) 10mLを加えて混和し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。

検液及び比較液につき、波長660nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品0.50 gを量り、水又は α -アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

あらかじめ105°Cで2時間乾燥したバレイショデンプン10.0 gを量り、 α -アミラーゼ活性試験用緩衝液10mLを加え、更に水を加えて100mLとしたものを基質懸濁液とする。用時調製する。

試験管に基質懸濁液10mLを量り、試料液1 mLを加え、試験管にゴム栓をして激しく振りまぜ、

デンプンを均一に分散させた後、すばやく栓をとり、直ちに激しく振り混ぜながら水浴中で加熱してデンプンを糊化させる。この液を直ちに 65℃で 15 分間加温し、検液とする。別に試験管に基質懸濁液 10mL を量り、試料液の代わりに試料の希釈に用いた希釈液 1 mL を加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、試験管口部を水平から 45 度下方に速やかに傾けて、試験管内の検液及び比較液の流動性を観察するとき、検液の流動性は比較液の流動性より高い。

第3法

本品 0.50 g を量り、水又は α -アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル- α -D-マルトヘプトシド-酵素に α -アミラーゼ用試料希釈液 10mL を加え、溶解したものを基質溶液とする。

37℃で 2 分間加温した試料液 0.05mL に基質溶液 0.4mL を加えて直ちに混合し、同温度で 5 分間加温する。この液に pH10.2 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) 0.5mL を加えてよく振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに試料の希釈に用いた希釈液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。

検液及び比較液につき、波長 410nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第4法

本品 0.50 g を量り、水又は α -アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン 2.0 g を量り、水 20mL を加え、よくかき混ぜながら約 50mL の沸騰水中に徐々に加え、かくはんしながら約 2 分間沸騰させた後、冷却する。この液に徐々に水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 5 mL をかくはんしながら徐々に加えて糊状とする。次に pH4.6 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (2 mol/L) 5 mL 及び水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 10mL を量り、30℃で 15 分間加温した後、試料液 5 mL を加え、直ちに振り混ぜ、30℃で更に 20 分間加温する。直ちに、この液 1 mL を量り、ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (α -アミラーゼ活性試験用) 5 mL に加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに試料の希釈に用いた希釈液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を直ちに色調検査器の角型セルにそれぞれ移し、標準色調版を用いて検液と比較液の色調と濃度を比較するとき、検液の色調は比較液の色調より明るい。

第5法

本品 0.50 g を量り、水又は α -アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

マルトトリオース 1.0 g を量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし、50mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.5mL を量り、37°Cにて 10 分間加温した後、あらかじめ 37°Cに加温した試料液 0.5mL を加えて直ちによく振り混ぜ、37°Cで 30 分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 (0.12mol/L) 1 mL を加えてよく振り混ぜる。この液にD-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 3 mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 30 分間放置し、検液とする。別に試料液 0.5mL を量り、水酸化ナトリウム試液 (0.12mol/L) 1 mL を加えてよく振り混ぜた後、基質溶液 0.5mL を加えてよく振り混ぜる。この液にD-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 3 mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 30 分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 340nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度より大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

β-アミラーゼ

β-Amylase

定義 本品は、麦芽、穀類の種子、豆類の種子若しくは芋類の塊根、塊茎又は担根体、又は糸状菌 (*Aspergillus oryzae*に限る。)、放線菌 (*Streptomyces*属に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus flexus*, *Bacillus polymyxa*, *Bacillus subtilis*に限る。) の培養物より得られた、デンプン、デキストリン、グリコーゲンに作用してマルトースを生成する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、β-アミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして 5µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして 3µg/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

β-アミラーゼ活性試験法

次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 0.50 g を量り、水、氷冷水又はβ-アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、氷冷水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

基質としてバレイショデンプンを用いる場合は、あらかじめ 105°Cで 2 時間乾燥し、その乾燥物 1.0 g を量り、水 20mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (2mol/L) 5 mL をかくはんしながら

徐々に加えて糊状とする。次に、かくはんしながら水浴中で3分間加熱した後、水 25mL を加える。この液を冷却後、塩酸試液 (2 mol/L) 及び塩酸試液 (0.1 mol/L) を加えて中和し、β-アミラーゼ活性試験用緩衝液 10mL を加え、更に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質として可溶性デンプンを用いる場合は、可溶性デンプン 1.0 g を量り、少量の水に懸濁し、これを約 50mL の沸騰水中にかくはんしながら徐々に加え、沸騰し始めてから 5分間煮沸する。冷後、この液にβ-アミラーゼ活性試験用緩衝液 10mL を加え、更に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 10mL を量り、37°Cで 10分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、同温度で 10分間又は 30分間加温した後、フェーリング試液 4 mL を加えて軽く振り混ぜ、水浴中で 15分間加熱した後、25°C以下に冷却し、ヨウ化カリウム試液 (β-アミラーゼ・インペルターゼ活性試験用) 2 mL 及び硫酸 (1→6) 2 mL を加え、検液とする。別に基質溶液の代わりに水 10mL を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、遊離したヨウ素を 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、検液の 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は、滴定が終点近くになったときに溶性デンプン試液 1～2 滴を加え、生じた青色が消えるときとする。

第2法

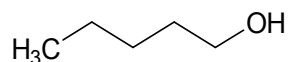
本品 0.50 g を量り、水、氷冷水又はβ-アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、氷冷水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン 20.0 g を量り、少量の水に懸濁し、これを約 750mL の沸騰水に徐々に加え、沸騰し始めてから 2分間煮沸する。冷後、この液にβ-アミラーゼ活性試験用緩衝液 20mL を加え、更に水を加えて 1000mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 200mL を量り、20°Cで 30分間加温した後、試料液 10mL を加えて直ちに混和し、20°Cで 30分間放置した後、水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 20mL を加え、更に水を加えて 250mL とする。この液 5 mL を量り、ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.05mol/L) 10mL を加えて軽く振り混ぜ、水浴中で 20分間加熱し、25°C以下に冷却した後、酢酸・塩化カリウム・硫酸亜鉛試液 25mL 及び 50w/v %ヨウ化カリウム試液 1 mL を加え、検液とする。別に水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 20mL に試料液 10mL を加えて混和した後、基質溶液 200mL を加え、更に水を加えて全量を 250mL とする。この液 5 mL を量り、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム試液 (0.05mol/L) で滴定するとき、検液のチオ硫酸ナトリウム試液 (0.05mol/L) の消費量は比較液のチオ硫酸ナトリウム試液 (0.05mol/L) の消費量よりも小さい。終点は、滴定が終点近くになったときに溶性デンプン試液 1～2 滴を加え、生じた青色が消えるときとする。

アミルアルコール

Amyl Alcohol



C₅H₁₂O

分子量 88.15

Pentan-1-ol [71-41-0]

含量 本品は、アミルアルコール (C₅H₁₂O) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.407\sim1.412$

比重 $d_{25}^{25}=0.810\sim0.816$

~~**純度試験** (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.407\sim1.412$~~

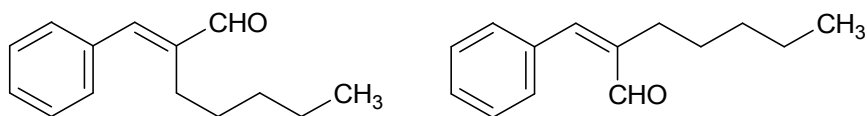
~~(2) 比重 $d_{25}^{25}=0.810\sim0.816$~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

α-アミルシンナムアルデヒド

α-Amylcinnamaldehyde

α-アミルシンナミックアルデヒド



C₁₄H₁₈O

分子量 202.29

2-(Phenylmethylene)heptanal [122-40-7]

含量 本品は、α-アミルシンナムアルデヒド (C₁₄H₁₈O) ~~98.0%~~ 97.0%以上を含む。

性状 本品は、淡黄～黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.554\sim1.562$

比重 $d_{25}^{25}=0.962\sim0.969$

~~**純度試験** (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.554\sim1.560$~~

~~(2) 比重 0.967～0.972~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.05.0以下 (香料試験法)~~

~~**強熱残分** 0.05%以下~~

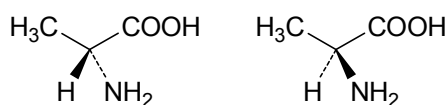
定量法 ~~本品約1.5gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、加熱時間は、30分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1ml=101.1mg-C₁₄H₁₈O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

DL-アラニン

DL-Alanine



$C_3H_7NO_2$

分子量 89.09

(2R)-2-Aminopropanoic acid [302-72-7]

含量 本品を乾燥物換算したものは、DL-アラニン ($C_3H_7NO_2$) 98.5~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶性の粉末で、甘味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~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。

pH 5.5~7.0 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH5.5~7.0 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(3) (2) 塩化物 Clとして0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30~~mL~~mL)~~

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

(3) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (4) ヒ素 As_2O_3 として4.0~~3~~3 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

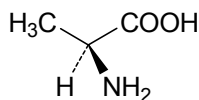
強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約0.2gを精密に量り、ギ酸3~~mL~~mLを加えて溶かし、酢酸50~~mL~~mLを加え、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬(クリスタルバイオレット・酢酸試液1~~mL~~mL)を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1~~mL~~mL=8.909mg $C_3H_7NO_2$

L-アラニン

L-Alanine



$C_3H_7NO_2$

分子量 89.09

(2S)-2-Aminopropanoic acid [56-41-7]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アラニン ($C_3H_7NO_2$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、味はわずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5~~mL~~mLにニンヒドリン溶液 (1→50) 1~~mL~~mLを加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

(2) 本品0.2gに硫酸 (1→20) 10~~mL~~mLを加えて溶かし、過マンガン酸カリウム0.1gを加えて煮沸するとき、アセトアルデヒドのにおいを発する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +13.5 \sim +15.5^\circ$ (10 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

pH 5.7~6.7 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +13.5 \sim +15.5^\circ$~~

~~本品約10gを精密に量り, 6mol/L塩酸を加えて溶かして正確に100mlとし, 旋光度を測定し, 更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2)~~ (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10mL)

~~(3) 液性 pH5.7~6.7 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(4)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.1%以下 (~~0.07g~~ 70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(3) 鉛 Pbとして 2 μ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 8.909mg $C_3H_7NO_2$

L-アラニン液

L-Alanine Solution

含量 本品は, L-アラニン ($C_3H_7NO_2 = 89.09$) 15%以下で, その表示量の 95~110%を含む。

性状 本品は, 無色澄明な液体で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり, わずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え, 水浴中で3分間加熱するとき, 青紫色を呈する。

(2) 本品 5 g に塩酸 (1→2) 50 mL を加え, 混和した液は右旋性である。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pbとして L -アラニン ($C_3H_7NO_2$) 当たり 20 μ g/g以下~~

~~L -アラニン ($C_3H_7NO_2$) として 1.0 g に対応する量の試料を量り, 水約 40ml を加え, 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 2.0ml に酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(1) 鉛 Pbとして 2 μ g/g $\cdot C_3H_7NO_2$ 以下 (L-アラニン ($C_3H_7NO_2$) 2.0 g に対応する量, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 μ g/g $\cdot C_3H_7NO_2$ 以下 (L-アラニン ($C_3H_7NO_2$) 0.50 g に対応する量, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~L -アラニン ($C_3H_7NO_2$) として 0.50 g に対応する量の試料を量り, 本品に水 5 mL を加え, 必要があれば加温して溶かし, 検液とする。装置Bを用いる。~~

強熱残分 L-アラニン ($C_3H_7NO_2$) 当たり 0.20%以下

定量法 L-アラニン ($C_3H_7NO_2$) として約 0.2 g に対応する量の試料を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 8.909mg C₃H₇NO₂

アラビアガム

Gum Arabic

Arabic Gum

Acacia Gum

アカシアガム

定 義 本品は、アカシア属植物 (~~Acacia senegal Willdenow~~ Acacia senegal (L.) Willd. 又は Acacia seyal Delile) の分泌液を、乾燥して得られた、又はこれを脱塩して得られた、多糖類を主成分とするものである。

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末若しくは粒又は淡黄～褐色の塊で、においがなく、~~か又はわずかににおいがある。~~

- 確認試験** (1) 本品を粉末とし、その 1 g に水 2 mL を加えるとき、ほとんど溶けて、液は、酸性を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 50) 10 mL に 薄めた塩基性酢酸鉛試液 酢酸鉛 (II) 試液 (塩基性) (1 → 50) 0.2 mL を加えるとき、直ちに白色の綿状の沈殿を生じる。
- (3) 本品 5 g を水 100 mL に溶かし、濁りがある場合にはメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) にて吸引ろ過するか、遠心分離により不純物を取り除く。この液につき ~~比~~ 旋光度測定法により試験を行うとき、Acacia senegal から得られたものは左旋性を示し、Acacia seyal から得られたものは右旋性を示す。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 1.0% 以下

あらかじめガラスろ過器 (1 G 3) を 110°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品の粉末約 5 g を精密に量り、水約 100 mL に溶かし、塩酸 (1 → 4) 10 mL を加えて、徐々に加熱して 15 分間煮沸する。先のガラスろ過器で温時吸引ろ過し、残留物を温水でよく洗い、ガラスろ過器とともに 105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

- (2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレイム方式)
- (3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)
- (4) タンニン含有ガム質

本品の水溶液 (1 → 50) 10 mL に ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1 → 10) 3 滴を加えるとき、液は、暗緑色を呈さない。

(5) デンプン及びデキストリン

本品 0.2 g に水 10 mL を加えて煮沸し、冷後、ヨウ素試液 1 滴を加えるとき、液は、青色又は赤紫色を呈さない。

乾燥減量 17.0% 以下 (105°C, 6 時間)

灰 分 4.0% 以下

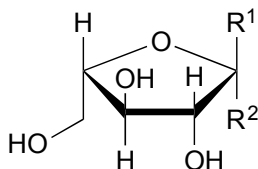
酸不溶性灰分 0.5% 以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下~~ 細菌数は 10000 以下, 真菌数は 1000 以下 である。また、大腸菌及びサ

ルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第1法により調製する。

L-アラビノース

L-Arabinose



β -L-アラビノース : $R^1 = H, R^2 = OH$

α -L-アラビノース : $R^1 = OH, R^2 = H$

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13

L-Arabinofuranose [87-72-9]

定 義 本品は、アラビアガム、ガティガム、コーンファイバー又はテンサイのパルプ（シュガービートパルプ）の多糖類（アラビナン等）を、加水分解し、分離して得られたものである。成分はL-アラビノースである。

含 量 本品を乾燥したものは、L-アラビノース（ $C_5H_{10}O_5$ ）95.0～101.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶又は白～淡黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

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5 mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品1 gを水3 mLに溶かし、塩酸（1→4）/ジフェニルアミン・エタノール（95）溶液（1→40）混液（5：2）3 mLを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は、黄～淡だいたい色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95^\circ$ 以上（2 g, 水, 50mL, 乾燥物換算）

ただし、室温で24時間放置後、測定する。

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95^\circ$ 以上~~

~~本品約2 gを精密に量り、水を加えて正確に50 mLとし、室温で24時間放置後、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、ほとんど澄明（4.0 g, 水20 mL）~~

~~(3) (2) 遊離酸 本品1.0 gを、新たに煮沸し冷却した水10 mLに溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、0.2 mol/L水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。~~

~~(4) (3) 硫酸塩 SO_4 として0.005%以下（1.0 g, 比較液 0.005 mol/L硫酸0.10 mL）~~

~~(5) 重金属—Pbとして20 μ g/g以下（1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0 mL）~~

~~(6) (4) 鉛 Pbとして10.2 μ g/g以下（1.02 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式）~~

~~(7) (5) ヒ素 As_2O_3 として4.03 μ g/g以下（0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B）~~

乾燥減量 1.0%以下（105°C, 3時間）

強熱残分 0.20%以下（5 g, 600°C, 8時間）

定量法 本品及び定量用L-アラビノースを乾燥し、それぞれ約2 gを精密に量り、水/プロピレングリコール混液(4:1) 10~~mL~~mLずつを正確に加える。更に水を加えて正確に50~~mL~~mLとし、それぞれ検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10~~mL~~mL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L-アラビノースとプロピレングリコールのピーク面積を測定し、プロピレングリコールのピーク面積に対するL-アラビノースのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

$$\text{L-アラビノース (C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{定量用L-アラビノースの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充~~てん~~填剤 7~11 μm 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4~8 mm, 長さ25~35 cmのステンレス管

カラム温度 60~70 $^{\circ}\text{C}$ の一定温度

移動相 水

流量 L-アラビノースの保持時間が10~15分になるように調整する。

亜硫酸水素カリウム液

Potassium Hydrogen Sulfite Solution

重亜硫酸カリウム液

酸性亜硫酸カリウム液

含量 本品は、亜硫酸水素カリウム($\text{KHSO}_3=120.17$) 25.0%以上を含む。

性状 本品は、淡黄色の液体で、二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品の水溶液(1→5)は、カリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁(3.0 g, 水20~~mL~~mL)

~~(2) 重金属 Pbとして4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品5.0 gを量り、熱湯15 mL及び塩酸5 mLを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯10 mL及び塩酸2 mLを加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸(1→20) 2 mL及び水を加えて溶かして50 mLとし、必要があればろ過し、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0 mLを量り、酢酸(1→20) 2 mL及び水を加えて50 mLとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下(2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20 mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20 mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として~~2.0~~1.5 $\mu\text{g/g}$ 以下 (10 g, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

本品~~10 gを量り、~~に水を加えて25~~mL~~mLとする。この液5~~mL~~mLを量り、硫酸2~~mL~~mLを加え、二酸化硫黄の発生がやむまで水浴上で加熱する。約2~~mL~~mLになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10~~mL~~mLとし、この液5~~mL~~mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 6.009mg KHSO_3

亜硫酸水素ナトリウム液

Sodium Hydrogen Sulfite Solution

酸性亜硫酸ソーダ液

含量 本品は，亜硫酸水素ナトリウム ($\text{NaHSO}_3 = 104.06$) 34.0%以上を含む。

性状 本品は，淡黄色の液体で，二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品の水溶液 (1→5) は，ナトリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁 (3.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 重金属 Pb として 4.0 μg/g 以下~~

~~本品 5.0 g を量り，熱湯 15 mL 及び塩酸 5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯 10 mL 及び塩酸 2 mL を加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて溶かして 50 mL とし，必要があれば過し，検液とする。比較液は，鉛標準液 2.0 mL を量り，酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え，時計皿等で覆い，穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後，試料液とする。なお，試料が溶けない場合は，蒸発乾固した後，残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え，穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後，試料液とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として 2.01.5 μg/g 以下 (10 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~10 g を量り，~~ 水を加えて 25 mL とする。この液 5 mL を量り，硫酸 2 mL を加え，二酸化硫黄の発生がやむまで水浴上で加熱する。約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後，水を加えて 10 mL とし，この液 5 mL を量り，検液とする。~~装置 B を用いる。~~

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 5.203mg NaHSO_3

亜硫酸ナトリウム

Sodium Sulfite

亜硫酸ソーダ

$\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n = 7$ 又は 0)

分子量 7 水和物 252.15 無水物 126.04

Disodium sulfite heptahydrate [10102-15-5]

Disodium sulfite [7757-83-7]

定義 本品には結晶物 (7 水和物) 及び無水物があり，それぞれを亜硫酸ナトリウム (結晶) 及び亜硫酸ナトリウム (無水) と称する。

含量 本品を無水物換算したものは，亜硫酸ナトリウム (Na_2SO_3) 95.0%以上を含む。

性状 本品は，無～白色の結晶又は白色の粉末である。

確認試験 本品は，ナトリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 結晶物は，純度試験において規定されている試料の量の 2 倍量を量り，試験を行う。

(1) 溶状 無色，ほとんど澄明 (0.50 g，水 10 mL)

~~(2) 重金属 Pbとして10µg/g以下(無水物換算)~~

~~本品2.0gを量り，熱湯15mLを加えて溶かし，塩酸5mLを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯10mL及び塩酸2mLを加え，再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸(1→20)2mL及び水を加えて溶かして50mLとし，必要があれば過し，検液とする。比較液は，鉛標準液2.0mLを量り，酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (0.80 g，第5法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え，時計皿等で覆い，穏やかに5分間沸騰させる。冷後，試料液とする。なお，試料が溶けない場合は，蒸発乾固した後，残留物に塩酸(1→4) 20mLを加え，穏やかに5分間沸騰させる。冷後，試料液とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として4.03µg/g以下(無水物換算) (0.50 g，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B)

本品に0.50gを量り，水5 mLを加えて溶かす。この液に硫酸1 mLを加え，ホットプレート上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて5 mLとし，検液とする。装置Bを用いる。

定量法 本品の無水物として約0.25 gに対応する量を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量し，次式により含量を求める。

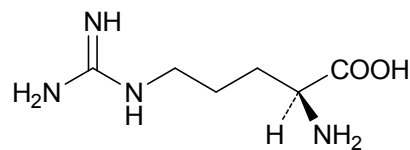
$$\text{亜硫酸ナトリウム (Na}_2\text{SO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times (50 - b)}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10} \quad \text{---(\%)} \text{---}$$

ただし， a : $\begin{cases} \text{結晶物の場合} & 12.61 \\ \text{無水物の場合} & 6.302 \end{cases}$

b : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

L-アルギニン

L-Arginine



$C_6H_{14}N_4O_2$

分子量 174.20

(2S)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid [74-79-3]

含量 本品を乾燥物換算したものは，L-アルギニン ($C_6H_{14}N_4O_2$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なおい及び味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mLにニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mLを加え，水浴中で3分間加熱するとき，青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液はアルカリ性である。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.9^\circ$ (8 g，塩酸試液 (6 mol/L)，100mL，乾燥物換算)

pH 10.5~12.5 (1.0 g，水 10mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.9^\circ$~~

~~本品約 8 g を精密に量り、6 mol/L 塩酸を加えて溶かして正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(3) 液性 pH10.5~12.5 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (0.07 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水約 30 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、塩酸 (1→4) で中和し、更に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を用いる。~~

(3) 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, フレーム方式)

~~(6) (4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

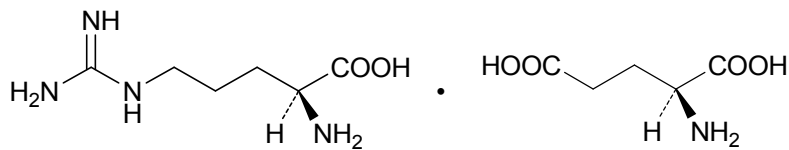
強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 8.710 mg C₆H₁₄N₄O₂

L-アルギニン L-グルタミン酸塩

L-Arginine L-Glutamate



C₁₁H₂₃N₅O₆

分子量 321.33

(2S)-2-Amino-5-guanidinopentanoic acid mono[(2S)-2-Aminopentanedioate]

[4320-30-3]

含量 本品を無水物換算したものは、L-アルギニン L-グルタミン酸塩 (C₁₁H₂₃N₅O₆) 98.0 ~ 102.0% を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→500) を検液とする。別に L-アルギニン塩酸塩 0.1 g 及び ~~L-グルタミン酸ナトリウム~~ L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 0.1 g に水を加えて溶かして 100 mL とした液を対照液とする。検液、対照液それぞれ 5 µL につき、1-ブタノール/水/酢酸混液 (5 : 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 30 cm 上昇したとき展開をやめる。ろ紙を風乾し、更に 100°C で 20 分間乾燥した後、ニンヒドリン・アセトン溶液 (1→50) を噴霧し、100°C で 5 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する二つのスポットを認める。ただし、ろ紙には、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +28.0 \sim +30.0^\circ$ (4 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 無水物換算)

pH 6.0~7.5 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +28.0 \sim +30.0^\circ$ (4 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 無水物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 液性 pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Clとして0.041%以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.35mL)~~

~~(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(6) (4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

水分 15.4%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.30%以下

定量法 「DL-アラニン」の定量法により測定し, 無水物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 10.71mg C₁₁H₂₃N₅O₆

アルギン酸

Alginic Acid

昆布類粘質物

[9005-32-7]

含量 本品を乾燥物換算したものは, アルギン酸 91.0~104.5%を含む。

性状 本品は, 白~淡黄色の繊維状, 粒状又は粉末で, わずかに特異なおいと味がある。

確認試験 本品 0.25 g を水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 50 mL に溶かし, 検液とする。検液 10 mL に塩化カルシウム溶液 (2.5→100) 塩化カルシウム二水和物溶液 (1→40) 2 mL を加えるとき, ゼリー状の沈殿を生じるが, 検液 10 mL に硫酸アンモニウム飽和溶液 5 mL を加えるとき, 沈殿を生じない。

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

pH 2.0~3.4 (3%懸濁液)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -80 \sim -180^\circ$ (0.50 g, 水酸化ナトリウム試液, 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) 液性 pH2.0~3.4 (3%懸濁液)~~

~~(3) (1) 硫酸塩 SO₄として0.96%以下~~

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

~~(4) (2) リン酸塩 本品 0.10 g を量り, 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 20 mL に溶かし, 硝酸 (1→4) を加えて中和して均等な液とする。冷後, この液に硝酸 (1→4) 5 mL 及びモリ~~

ブデン酸アンモニウム試液 20mLを加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じない。

~~(5) 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)~~

~~(6) (3) 鉛 Pbとして105µg/g以下(1.00.80g, 第1法, 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(7) (4) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 15.0%以下(105°C, 4時間)

強熱残分 10.0%以下(乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法(試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は5,000以下、生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌群試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。なお、生菌数試験、真菌数試験の試料液の調製では、試料希釈用の液にあらかじめ水酸化ナトリウム溶液を添加しておく。また、サルモネラ試験は、本品5gを乳糖ブイヨン培地 500mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

~~定量法 (1) 装置 概略は、次の図による。ただし、ガラスの接続部は、35/25の球面すり合わせガラスとする。~~

~~A: ソーダ石灰管~~

~~B: 水銀バルブ~~

~~C: ゴム連結管~~

~~D: 反応フラスコ~~

~~E: マントルヒーター~~

~~F: 還流冷却器~~

~~G: 滴下管~~

~~H: ストップコック~~

~~I: トラップ(860µm以下の亜鉛末を25g 充てん)~~

~~J: 吸収管~~

~~K: コニカルフラスコ~~

~~L: ソーダ石灰管~~

~~M: 三方ストップコック~~

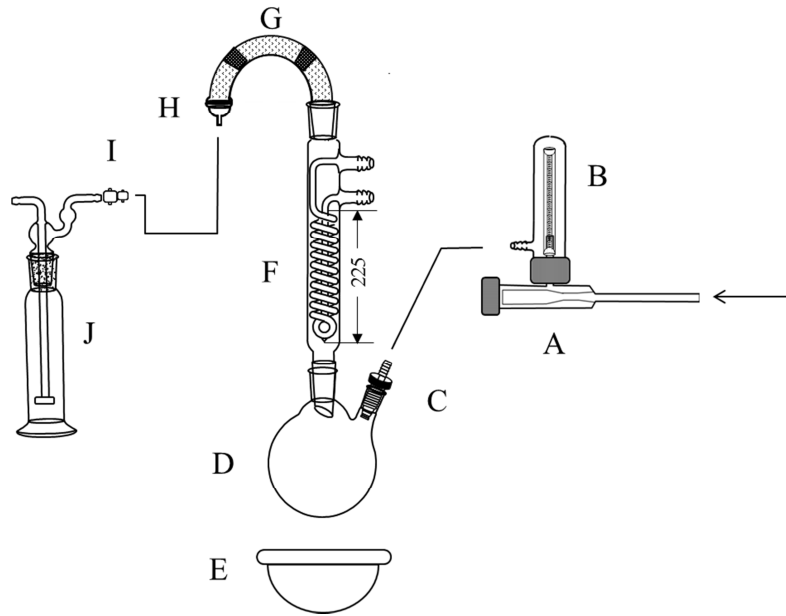
~~N: 流量調整弁~~

~~(2) 操作法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、反応フラスコDに入れ、塩酸(1→120) 25mLと数個の沸石を入れて還流冷却器Fに接続する。接続部をリン酸でぬらす。ストップコックMから空気を圧送して水銀バルブBの水銀を管内に約5cm上昇させてストップコックMを閉じ、1~2分間水銀面が下がらないことを確かめる。二酸化炭素を除いた空気を1時間に3~6Lの流量で吸引しながら装置内に流し、マントルヒーターEで加熱し、試料を穏やかに3分間煮沸する。その後、試料を15分間放冷する。滴下管Gに塩酸23mLを入れ、吸収管Jを外して速やかに0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液25mLを正確に加え、1-ブタノール5滴を加え、吸収管Jを再び接続する。二酸化炭素を除いた空気を1時間に約2Lの流量で吸引しながら装置内に流し、塩酸を滴下管Gから反応フラスコDに加え、マントルヒーターEで加熱し、試料を3時間煮沸する。次に、加熱と吸引を止め、吸収管J内の0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液をストップコック~~

~~タMから空気圧でゆっくりフラスコKに入れる。吸収管J内は水15mLずつで3回洗い、それぞれの洗液を空気圧でフラスコKに入れる。フラスコKを外し、塩化バリウム溶液(1→10)10mLを加えて、栓をして約2分間ゆるやかに振り混ぜ、フェノールフタレイン試液2滴を加え、0.1mol/L塩酸で滴定する。別に空試験を行う。~~

~~0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=25.00mgアルギン酸~~

定量法 (1) 装置 概略は、次の図による。



A : キャピラリーバルブ

B : 流量計

C : コネクター

D : 反応フラスコ

E : マントルヒーター

F : 還流冷却器

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

H : アダプター

I : コネクター

J : 吸収管

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

(2) 操作法 本品約 0.25 g を精密に量り、反応フラスコDに入れ、塩酸(1→120) 50mL を加え、数個の沸騰石を入れて還流冷却器Fに接続する。接続部をリン酸でぬらす。反応フラスコDに窒素を接続し、冷却水の流量が毎分2Lとなるように調整する。反応フラスコDをマントルヒーターEで加熱し、試料を2分間穏やかに煮沸する。その後、マントルヒーターEを反応フラスコDから外し、試料を10分間放冷する。空の吸収管JをアダプターHに接続し、窒素を毎分90~100mLで5分間

流し、吸尿管 J 内を窒素で置換する。窒素の流量を毎分 60～65mL とし、吸尿管に 1-ブタノール 10 滴を加え、0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25mL を正確に加え、更に水 50mL を吸尿管 J 中の管及び器壁を洗い込みながら加え、蓋をする。反応フラスコ D のコネクター C を取り外し、塩酸 46mL を加え窒素を再度接続する。マントルヒーター E で加熱し、試料を 3 時間煮沸する。次に、マントルヒーター E を外し、窒素流量を毎分 90～100mL とし、10 分間放冷する。吸尿管を取り外し、水で中管 K を洗い、洗液を吸尿管に回収する。窒素をゆっくりと流し、中管 K に残った水を追い出して吸尿管 J に集める。吸尿管 J へ塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 10mL 及びかくはん子をすばやく加えて、栓をしてかくはん子でゆっくりと 1 分間かくはんし、5 分放置する。フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、0.1mol/L 塩酸で滴定する。別に空試験を行う。

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1mL = 25.00mg アルギン酸

アルギン酸アンモニウム

Ammonium Alginate

Ammonium Alginate [9005-34-9]

含量 本品を乾燥物換算したものは、アルギン酸アンモニウム 88.7～103.6% を含む。

性状 本品は、白～淡黄褐色の繊維状、粒状、又は粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.5g に水 50mL をかくはんしながら加えた後、60～70℃ で時々振り混ぜながら 20 分間加熱して均等な液とし、冷後、これを検液とする。

(i) 検液 5mL に塩化カルシウム二水和物溶液 (3→40) 1mL を加えるとき、直ちにゼリー状の沈殿を生じる。

(ii) 検液 1mL に硫酸アンモニウム飽和溶液 1mL を加えるとき、沈殿を生じない。

(2) 本品は、アンモニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水不溶物 2.0% 以下 (乾燥物換算)

本品約 2g を精密に量り、2.000mL の三角フラスコに入れ、水 800mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で中和し、更に水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 3mL を加える。過酸化水素 40mL を加え、三角フラスコの口を覆い、かくはんしながら 1 時間沸騰させる。ガラス繊維ろ紙とともに、あらかじめ 105℃ の乾燥機に約 1 時間入れた後、デシケーター中で冷却し、質量を精密に量ったろ過器で吸引ろ過する。液の粘度が高いためにろ過が遅いときは、粘度がろ過できるように低くなるまで再度沸騰させる。ろ過器を十分熱湯で洗い、105℃ で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

(2) 鉛 $5.0\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g Pb として $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\text{ }3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 15.0% 以下 (105℃, 4 時間)

強熱残分 7.0% 以下 (3g, 800℃, 15 分間, 乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数生菌数は 5,000 以下で、真菌 (かび及び酵母) 数は 500 以下である。また、下記の試験を行うとき、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、

及び大腸菌群試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品5gを乳糖ブイオン培地500mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

~~本品1gを量り、乳糖ブイオン培地又はBGLB培地を加えて100mLとする。試料の性質によっては、規定された量よりも大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてpH6～8に調整後、30～35℃で24～72時間培養する。増殖が観察された場合は、培養液を軽く振った後、白金耳等でとり、マッコンキー寒天培地上に塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。周囲に赤味がかった沈降線の帯を持つピンク～赤色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は、大腸菌群陰性と判定する。~~

~~上記の特徴を持つ集落が検出された場合は、EMB寒天培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。EMB寒天培地上で金属光沢～暗紫赤色の定型集落が観察されない場合は、大腸菌群陰性と判定する。金属光沢～暗紫赤色の定型集落が観察された場合は、その集落を乳糖ブイオン発酵管に移植し、30～35℃で18～48時間培養する。乳糖ブイオン発酵管でガスの産生を認めるもので、グラム陰性の無芽胞性の桿菌を大腸菌群と判定する。また、大腸菌群迅速同定用キットの使用も可能である。~~

~~培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験~~

~~試験には、Escherichia coli (NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545) 又はこれらと同等の菌株を、乳糖ブイオン培地、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を用い、30～35℃で18～24時間培養して使用する。次に、ペプトン食塩緩衝液 (pH7.0)、リン酸緩衝液 (pH7.2)、乳糖ブイオン培地等を用いて、1mL当たり約1,000個の生菌を含む菌液を調製する。この菌液0.1mLを培地に混和して、試料の存在下及び非存在下において、培地の有効性、抗菌性物質の存在等を試験する。~~

定量法 「アルギン酸」の定量法を準用する。

0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 27.12mg アルギン酸アンモニウム

アルギン酸カリウム

Potassium Alginate

Potassium Alginate [9005-36-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは、アルギン酸カリウム89.2～105.5%を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の繊維状、粒状、又は粉末である。

確認試験 (1) 「アルギン酸アンモニウム」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品1gを550～600℃で3時間強熱して得た残留物に水10 ~~mL~~ mLを加えて溶かした液は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水不溶物 2.0%以下 (乾燥物換算)

「アルギン酸アンモニウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) 鉛 ~~5.0µg/g以下 (2.0g, 第1法)~~ Pbとして5µg/g以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 4時間)

微生物限度 ~~「アルギン酸アンモニウム」の微生物限度を準用する。~~微生物限度試験法（試験法の適合性試験を除く。）により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌群試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 5 g を乳糖ブイヨン培地 500mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定量法 「アルギン酸」の定量法を準用する。

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 $1\text{ mL} = 29.75\text{mg}$ アルギン酸カリウム

アルギン酸カルシウム

Calcium Alginate

Calcium Alginate [9005-35-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは、アルギン酸カルシウム 89.6～104.5% を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の繊維状、粒状、又は粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.25 g に ~~炭酸ナトリウム~~炭酸ナトリウム十水和物溶液（1→400） 50 mL をかくはんしながら加えた後、 $60\sim 70^\circ\text{C}$ で時々振り混ぜながら 20 分間加温して均等な液とし、冷後、これを検液とする。以下「アルギン酸アンモニウム」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 1 g を $550\sim 600^\circ\text{C}$ で 3 時間強熱して得た残留物に水 10 mL 及び酢酸（1→3） 5 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。次に煮沸し、冷後、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) 鉛 ~~$5.0\mu\text{g/g}$ 以下~~ (~~2.0 g , 第 1 法~~) Pb として $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g , 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL , フレーム方式)

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

(2) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g , 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL , 装置 B)

乾燥減量 15.0% 以下 (105°C , 4 時間)

微生物限度 ~~「アルギン酸アンモニウム」の微生物限度を準用する。~~微生物限度試験法（試験法の適合性試験を除く。）により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌群試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第 1 法により調製する。

定量法 「アルギン酸」の定量法を準用する。

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 $1\text{ mL} = 27.38\text{mg}$ アルギン酸カルシウム

アルギン酸ナトリウム

Sodium Alginate

Sodium Alginate [9005-38-3]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、アルギン酸ナトリウム 90.8～106.0%を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に水 50 mL をかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等な液とし、冷後、これを検液とする。

(i) 検液 5 mL に塩化カルシウム二水和物溶液 (3→40) 1 mL を加えるとき、直ちにゼリー状の沈殿を生じる。

(ii) 検液 10 mL に硫酸 (1→20) 1 mL を加えるとき、直ちにゼリー状の沈殿を生じる。

(iii) 検液 1 mL に硫酸アンモニウム飽和溶液 1 mL を加えるとき、沈殿を生じない。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0～8.0

本品 0.50 g を量り、水 50 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等な液とし、冷却した液について測定する。

純度試験 ~~(1) 液性 pH6.0～8.0~~

~~本品 0.50 g を量り、水 50 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等な液とし、冷却した液について測定する。~~

~~(2)~~ (1) 硫酸塩 SO_4 として 0.96% 以下

本品 0.10 g を量り、水 20 mL を加えて糊状とし、塩酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ、水浴中で数分間加熱し、以下「アルギン酸」の純度試験 ~~(2)~~ (1) を準用する。

~~(3)~~ (2) リン酸塩 本品 0.10 g を量り、水 20 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等な液とする。以下「アルギン酸」の純度試験 ~~(4)~~ (2) を準用する。

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

(3) 鉛 Pb として 5 μg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 15.0% 以下 (105℃, 4 時間)

強熱残分 33.0～37.0% (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌群試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 5 g を乳糖ブイヨン培地 500 mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定 量 法 「アルギン酸」の定量法を準用する。

0.25 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 27.75 mg アルギン酸ナトリウム

アルギン酸プロピレングリコールエステル

Propylene Glycol Alginate

性状 本品は、白～帯黄白色の粗又は微細な粉末で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 本品 1 g に水 100 mL を加えて糊状とした液を検液とする。

- (1) 検液 5 mL に酢酸鉛 (II) 試液 5 mL を加えるとき、直ちにゼリー状に凝固する。
- (2) 検液 10 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 mL を加え、水浴中で 5～6 分間加熱し、冷後、硫酸 (1→20) 1 mL を加えるとき、直ちにゼリー状に凝固する。
- (3) 検液 1 mL に水 4 mL を加え、激しく振り混ぜるとき、持続する泡を生じる。

純度試験 (1) エステル化度 40.0%以上

次式により求める

$$\text{エステル化度} = 100 - (a + b + c) (\%)$$

ただし、a、b 及び c はそれぞれ (i)、(ii) 及び (2) により求める。

a : 遊離アルギン酸の含量 (%)

b : アルギン酸ナトリウムの含量 (%)

c : 不溶性灰分の量 (%)

(i) 遊離アルギン酸 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 200 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で紅赤色が約 20 秒間持続するまで滴定し、次式により含量を求める。別に空試験を行い補正する。

$$\text{遊離アルギン酸の含量} (\%) = \frac{0.02 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 0.00352}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(ii) アルギン酸ナトリウム 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、径 20～30 mm の磁製又は白金製のろつぼに入れ、初めは極めて穏やかに加熱し、次に徐々に温度を上げ、300～400℃で約 2 時間加熱し、完全に炭化する。冷後、炭化物をガラス棒でよく砕き、ろつぼとともにビーカーに入れ、水約 50 mL を加えた後、0.05 mol/L 硫酸 20 mL を加え、時計皿で覆い、水浴上で 1 時間加熱した後、ろ過する。なお、ろ液が着色している場合は、新たに試料をとり、十分に炭化を行い、同様の操作を繰り返す。ビーカー、ろつぼ及びろ紙上の残留物は、洗液が青色リトマス紙リトマス紙 (青色) を赤変しなくなるまで湯湯でよく洗い、この洗液をろ液に合わせ、過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 メチルレッド試液 3 滴)、次式により含量を求める。

$$\text{アルギン酸ナトリウムの含量} (\%) = \frac{0.05 \text{ mol/L 硫酸の消費量 (mL)} \times 0.0198}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

(2) 不溶性灰分 1.5%以下

(1) の (ii) で得たる紙上の残留物を乾燥し、恒量になるまで強熱し、冷後、質量を精密に量る。

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

(3) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 20.0%以下 (105℃, 4 時間)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g に

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

アルギン酸リアーゼ

Alginate Lyase

定義 本品は、細菌 (*Alteromonas macleodii*, *Flavobacterium multivorum*, *Flavobacterium* sp., *Pseudomonas*属, *Xanthomonas*属に限る。) の培養物より得られた、アルギン酸を脱離する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト、又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アルギン酸リアーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ーただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アルギン酸リアーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水又はpH6.3のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 ($0.1\text{mol}/\text{L}$) を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

アルギン酸ナトリウム0.10gを量り、pH5.8のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 ($0.2\text{mol}/\text{L}$) 50mL及び水20mLを加え、一夜かくはんして溶かした後、水酸化ナトリウム試液 ($2\text{mol}/\text{L}$) でpH6.3に調整し、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

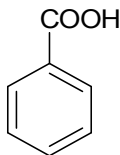
基質溶液4.5mLを量り、 37°C で5分間加温した後、試料液0.15mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を 37°C で30分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 ($0.1\text{mol}/\text{L}$) 4.65mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液4.5mLを量り、 37°C で5分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 ($0.1\text{mol}/\text{L}$) 4.65mLを加え、更に試料液0.15mLを加えて直ちに振り混ぜ、 37°C で30分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長235nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液につい

て測定する。

安息香酸

Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$

分子量 122.12

Benzenecarboxylic acid [65-85-0]

含量 本品を乾燥したものは、安息香酸 ($C_7H_6O_2$) 99.5%以上を含む。

性状 本品は、白色の小葉状又は針状の結晶で、においがなく又はわずかにベンズアルデヒドのようなにおいがある。

確認試験 本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 20 mL を加えて溶かした液は、安息香酸塩 (2) の反応を呈する。

融点 121~123°C

純度試験 ~~(1) 融点 121~123°C~~

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、アセトン 25 ml を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 ml にアセトン 25 ml、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(2) (2)~~ ヒ素 As_2O_3 として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ 易酸化物 水 100 mL に硫酸 1.5 mL を加え、煮沸しながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液を 紅赤色 が 30 秒間持続するまで滴加する。この液に本品 1.0 g を量って加え、溶かし、約 70°C で 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で 紅赤色 が 15 秒間持続するまで滴定するとき、その量は、0.5 mL 以下である。

~~(5) (4)~~ 塩素化合物 Cl として 0.014% 以下

本品 0.50 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g を量り、磁製のるつぼに合わせて入れ、少量の水を加えて混ぜ合わせ、100°C で乾燥した後、約 600°C で 10 分間加熱する。冷後、残留物に硝酸 (1→10) 20 mL を加えて溶かし、ろ過し、不溶物を水約 15 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に炭酸カルシウム 0.7 g を量り、硝酸 (1→10) 20 mL を加えて溶かし、必要があればろ過し、0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。両液に硝酸銀溶液 (1→50) 0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

~~(6) (5)~~ フタル酸 50 µg/g 以下

本品 1.0 g を量り、メタノール 20 mL に溶かした後、酢酸 (1→100) を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別にフタル酸 ~~0.0100 g~~ 10 mg を量り、メタノール 30 mL に溶かした後、酢酸 (1

→100) を加えて正確に 100~~mL~~ とする。この液 1.0~~mL~~ を量り、酢酸 (1→100) /メタノール混液 (3 : 2) 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 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うとき、検液のフタル酸のピーク高さは、比較液のフタル酸のピーク高さを超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 228nm)

カラム充填剤 7 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸 (1→100) /メタノール混液 (7 : 3)

流量 1 ~~mL~~ /分

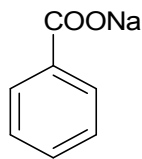
乾燥減量 0.50%以下 (3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で中和した 50vol%エタノール 25~~mL~~ を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールレッド試液 3 滴)。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 12.21mg $C_7H_6O_2$

安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



$C_7H_5NaO_2$

分子量 144.10

Monosodium benzenecarboxylate [532-32-1]

含量 本品を乾燥したものは、安息香酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_2$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び安息香酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 5.0~~mL~~)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 2.0 g を量り、熱湯 20~~mL~~ を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05mol/L 硫酸 0.20~~mL~~ を加えるとき、液は、無色である。更にこの液に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.40~~mL~~ を加えるとき、液は、赤色に変わる。

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.30%以下

本品 0.20 g を量り、水を加えて溶かして 100~~mL~~ とする。この液 40~~mL~~ を量り、よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 2.5~~mL~~ を滴加した後、ろ過し、水洗して洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50~~mL~~ とし、検液とする。比較液は、0.005mol/L 硫酸 0.50~~mL~~ に塩酸 (1→4) 1 ~~mL~~ 及び水を加えて 50~~mL~~ とする。

~~(4) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水約 30mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 3mL を滴加し、~~

~~ろ過し、水洗して洗液をろ液に合わせる。この液にフェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、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2.0mlを量り、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(4) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に水酸化カルシウム0.20gを加えてよく混ぜる。これを強熱して得られた残留物を塩酸(1→4) 10mLに溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 易酸化物 「安息香酸」の純度試験(4)(3)を準用する。

(7) 塩素化合物 Clとして0.014%以下

本品0.50gを量り、磁製のろつぼに入れ、硝酸(1→10) 2.5mLを加えてよく混ぜ合わせ、100°Cで乾燥した後、炭酸カルシウム0.8g及び少量の水を加えて混ぜ、100°Cで乾燥する。更にこれを約600°Cで10分間加熱する。冷後、残留物に硝酸(1→10) 20mLを加えて溶かし、ろ過し、不溶物を水約15mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mLとし、検液とする。別に炭酸カルシウム0.8gを量り、硝酸(1→10) 22.5mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、0.01mol/L塩酸0.20mL及び水を加えて50mLとし、比較液とする。両液に硝酸銀溶液(1→50) 0.5mLずつを加えてよく振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

(8) フタル酸塩 フタル酸として $50\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品1.0gを量り、酢酸(1→100) /メタノール混液(7:3)に溶かして正確に50mLとし、検液とする。以下「安息香酸」の純度試験(6)(5)を準用する。ただし、比較液の調製には酢酸(1→100) /メタノール混液(7:3)を用いる。

乾燥減量 1.5%以下(105°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約1.5gを精密に量り、300mLの共栓フラスコに入れ、水25mLを加えて溶かし、ジエチルエーテル75mLを加え、0.5mol/L塩酸で滴定する(指示薬 ブロモフェノールブルー試液10滴)。滴定は、水層とジエチルエーテル層をよく振り混ぜながら行い、終点は、水層が持続する淡緑色を呈するときとする。

$0.5\text{mol}/\text{L}$ 塩酸1mL=72.05mg $\text{C}_7\text{H}_5\text{NaO}_2$

アントシアナーゼ

Anthocyanase

定義 本品は、麦芽若しくは穀類の種子、又は糸状菌(*Aspergillus oryzae*, *Aspergillus niger*, *Penicillium decumbens*に限る。)の培養物より得られた、アントシアニンのグルコシド基又はガラクトシド基を加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、アントシアナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 μ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)
ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸 (1 \rightarrow 100) 5 mLに溶けない場合は, 第3法により
操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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, 生菌数は50000以下である。
また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

アントシアナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

「 β -グルコシダーゼ」の β -グルコシダーゼ活性試験法第2法を準用する。

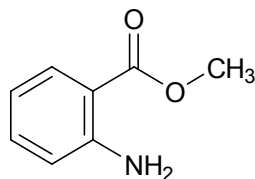
第2法

「 β -ガラクトシダーゼ」の β -ガラクトシダーゼ活性試験法第3法を準用する。

アントラニル酸メチル

Methyl Anthranilate

アンスラニル酸メチル



$C_8H_9NO_2$

分子量 151.16

Methyl 2-aminobenzoate [134-20-3]

含量 本品は, アントラニル酸メチル ($C_8H_9NO_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は, 無～淡黄色の結晶塊又は澄明な液体で, ブドウようのにおいがある。液体は, 青色の蛍光を発する。

確認試験 ~~(1) 本品 0.1 g に塩酸 (1 \rightarrow 40) 10mL を加えて溶かす。この液に, 新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 10) 1mL 及び β -ナフトール 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 25) 5mL を加えて溶かした液 2mL を加えるとき, だいたい赤色の沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品 1 g にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え, 水浴中で 5 分間加熱し, 熱時, 水 5mL を加える。冷後, 塩酸 (1 \rightarrow 4) 4mL を加えるとき, 白～灰白色の沈殿を生じる。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し, 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。

屈折率 $n_D^{20}=1.581\sim 1.585$

比重 $d_{25}^{25}=1.161\sim 1.169$

純度試験 ~~(1) 凝固点 22 $^{\circ}$ C以上~~

~~(2) 屈折率 $n_D^{20}=1.580\sim 1.585$~~

~~(3) 溶状 澄明~~

~~本品を 30℃ に加温して溶かし、その 1.0ml を量り、60vol% エタノール 5.0ml を加えて溶かし、
検液とする。~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 75.58mg C₈H₉NO₂~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

アンモニア

Ammonia

NH₃

分子量 17.03

Ammonia [7664-41-7]

性状 本品は、無色の気体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品に塩酸で潤したガラス棒を近づけると、白煙を生じる。

(2) 本品は、水で潤した ~~赤色リトマス紙~~ リトマス紙 (赤色) を青変する。

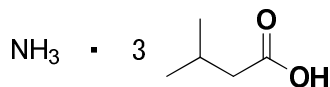
純度試験 本品を 20℃ の水に飽和し、検液とし、次の試験を行う。

(1) 硫黄化合物 検液 5 ~~ml~~ mL を量り、硝酸銀アンモニア試液 5 ~~ml~~ mL を加え、光を避けてよく振り混ぜながら、60℃ で 5 分間加熱するとき、液は、褐色を呈さない。

(2) 易酸化物 検液 3.0 ~~ml~~ mL を量り、水 7 ~~ml~~ mL を加え、更に硫酸 (1→20) 30 ~~ml~~ mL を徐々に加えて振り混ぜる。この液に、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.10 ~~ml~~ mL を加えるとき、液の ~~紅赤~~ 赤 色は消えない。

アンモニウムイソバレレート (2015年7月29日告示)

Ammonium ~~±~~ Isovalerate



C₁₅H₃₃NO₆

分子量 323.43

Ammonia-isovaleric acid (1/3) [1449430-58-3]

含量 本品を乾燥したものは、アンモニウムイソバレレート (C₁₅H₃₃NO₆) 97.0 ~ 102.0% を含む。

性状 本品は、潮解性の無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特有のにおいがある。

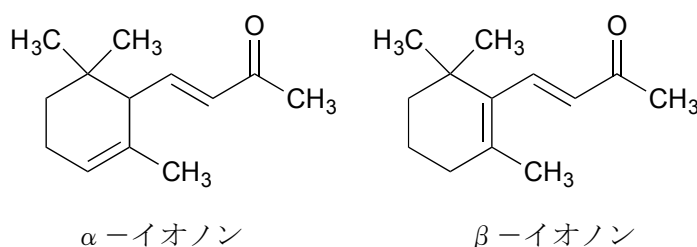
確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 融点 65~68℃

定量法 本品をデシケーター中で24時間乾燥した後、その約0.2gを精密に量り、水50mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化カリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただし、終点は、第1変曲点とする。

0.1mol/L水酸化カリウム溶液1mL=16.17mg C₁₅H₃₃NO₆

イオノン
Ionone
ヨノン



C₁₃H₂₀O

分子量 192.30

Mixture of (3E)-4-(2,6,6-trimethylcyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-one (α-Ionone) and (3E)-4-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)but-3-en-2-one (β-Ionone) [8013-90-9]

含量 本品は、イオノン (C₁₃H₂₀O) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、2960cm⁻¹, 1696cm⁻¹, 1674cm⁻¹, 1363cm⁻¹, 1255cm⁻¹及び982cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.522$

比重 $d_{20}^{20} = 0.930 \sim 0.948$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.522$~~

(2) ~~比重 $0.930 \sim 0.948$~~

(3) ~~溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール 4.0mL)~~

定量法 本品約1.3gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、加熱時間は、1時間とする。

0.5mol/L塩酸1mL=96.15mg C₁₃H₂₀O

イオン交換樹脂

Ion Exchange Resin

定義 本品には粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂 (粒状)、イオン交換樹脂 (粉状) 及びイオン交換樹脂 (懸濁液) と称する。

イオン交換樹脂 (粒状)

性状 本品は、黒色、褐色、淡赤褐色又は白色の球状、塊状又は粒状の物質で、ほとんどにない。

確認試験 以下の(I)又は(II)の試験を行うことにより、陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 5 ~~mL~~ mL を内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに、塩酸 (1 → 10) 25 ~~mL~~ mL を 1 分間約 5 ~~mL~~ mL の速さで流出させる。次に水 100 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗した後、水酸化カリウム溶液 (1 → 15) 25 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させ、更に水 75 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液 5 ~~mL~~ mL に酢酸 (1 → 20) 2 ~~mL~~ mL を加え、次に ~~コバルトヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~ コバルトヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム 試液 3 滴を加えるとき、液は、黄色の濁りを生じない。樹脂柱の樹脂 2 ~~mL~~ mL を試験管に入れ、塩酸 (1 → 10) 5 ~~mL~~ mL を加え、5 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次にろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約 5 ~~mL~~ mL とする。この液に、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 4 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、酢酸 (1 → 20) 2 ~~mL~~ mL を加え、次に ~~コバルトヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~ コバルトヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム 試液 3 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 5 ~~mL~~ mL を内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに、塩酸 (1 → 10) 25 ~~mL~~ mL を 1 分間約 5 ~~mL~~ mL の速さで流出させ、次に水 100 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液 5 ~~mL~~ mL に硝酸 (1 → 10) 1 ~~mL~~ mL を加え、次に硝酸銀溶液 (1 → 50) 3 滴を加えるとき、白濁しない。樹脂柱の樹脂 1 ~~mL~~ mL を試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 3 ~~mL~~ mL を加え、5 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次にろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約 5 ~~mL~~ mL とする。この液に、硝酸 (1 → 10) 3 ~~mL~~ mL を加え、次に硝酸銀溶液 (1 → 50) 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 陽イオン交換樹脂は (I)、陰イオン交換樹脂は (II) でそれぞれ基準型を作り、水によく浸した後、ろ紙で付着水を除き、検体とし、試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 30 ~~mL~~ mL を量り、内径約 3 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に入れ、塩酸 (1 → 10) 1,000 ~~mL~~ mL を 1 分間 15 ~ 20 ~~mL~~ mL の速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液 10 ~~mL~~ mL を量り、塩化物の試験を行い、その量が 0.01 mol / L 塩酸 0.3 ~~mL~~ mL に対応する量以下になるまで水洗し、基準型 (H 型) を作る。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 30 ~~mL~~ mL を量り、内径約 3 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 1,000 ~~mL~~ mL を 1 分間 15 ~ 20 ~~mL~~ mL の速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、基準型 (OH 型) を作る。

(1) 固形分 25% 以上

検体 本品 10.0 g を量り、陽イオン交換樹脂の場合は 100°C で 12 時間、陰イオン交換樹脂の場合は 40°C で 4 kPa の減圧デシケーター中で 12 時間乾燥した後、質量を量る。

(2) 水可溶物 0.50% 以下

検体 10.0 g を量り、これを内径 28 mm、長さ 10 cm の円筒ろ紙に入れ、水 1,000 ~~mL~~ mL の中につるし、時々振り混ぜながら 5 時間抽出する。この抽出液 50 ~~mL~~ mL を量り、注意しながら蒸発した後、110°C で 3 時間乾燥し、その残留物の質量を量る。ただし、別に空試験を行い補正する。

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

(3) 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, フレーム方式)

- (4) ヒ素 As_2O_3 として $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (検体 0.50 g , 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL , 装置B)

総イオン交換容量 陽イオン交換樹脂は(I), 陰イオン交換樹脂は(II)により試験を行う。

- (I) 陽イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/ g 以上

純度試験の検体約 5 g を精密に量り, 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 500 mL を正確に量って加え, 時々振り混ぜながら 12 時間放置する。その上澄液 10 mL を正確に量り, 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ試液 3 滴)。別に空試験を行い, 次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/ g)

$$= \frac{\text{空試験における } 0.05 \text{ mol/L 硫酸の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.05 \text{ mol/L 硫酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

- (II) 陰イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/ g 以上

純度試験の検体約 5 g を精密に量り, 0.2 mol/L 塩酸 500 mL を正確に量って加え, 時々振り混ぜながら 12 時間放置する。その上澄液 10 mL を正確に量り, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行い, 次式によって総イオン交換容量を求める。

$$\text{総イオン交換容量} = \frac{((\text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}) / (\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100)) \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}}{}$$

総イオン交換容量 (ミリ当量/ g)

$$= \frac{\text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

イオン交換樹脂 (粉状)

性状 本品は, 黒色, 褐色, 淡赤褐色又は白色の粉状の物質で, ほとんどにおいが無い。

確認試験 以下の(I)又は(II)の試験を行うことにより, 陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

- (I) 陽イオン交換樹脂 本品 2 g を内径約 7.5 cm のメンブランフィルター (孔径 $1 \mu\text{m}$) を装着した加圧ろ過器に水とともに流し込んで樹脂層を作る。これに, 塩酸 (1→10) 25 mL を 1 分間約 5 mL の速さで流出させ, 次に水 100 mL を同様の速さで流出させて水洗する。更に水酸化カリウム溶液 (1→15) 25 mL を同様の速さで流出させ, 次に水 75 mL を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液 5 mL に酢酸 (1→20) 2 mL を加え, 次にコバルト亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき, 黄色の濁りを生じない。樹脂層の樹脂 0.5 g を試験管に入れ, 塩酸 (1→10) 5 mL を加え, 5 分間よく振り混ぜた後, ろ過する。次に, ろ紙上の樹脂を水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 約 5 mL とする。この液に, 水酸化ナトリ

ウム溶液（1→25）4 mLを加えて振り混ぜ、酢酸（1→20）2 mLを加え、次にコバルトヘキサニトロコバルト（III）酸ナトリウム試液3滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品2 gを内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に水とともに流し込んで樹脂層を作る。これに、塩酸（1→10）25 mLを1分間約5 mLの速さで流出させ、次に水100 mLを同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液5 mLに硝酸（1→10）1 mLを加え、次に硝酸銀溶液（1→50）3滴を加えるとき、白濁しない。樹脂層の樹脂0.5 gを試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液（1→25）3 mLを加え、5分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次に、ろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約5 mLとする。この液に、硝酸（1→10）3 mLを加え、次に硝酸銀溶液（1→50）3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 陽イオン交換樹脂は（I）、陰イオン交換樹脂は（II）でそれぞれ基準型を作り、水によく浸した後、ろ紙で付着水を除き、検体とし、試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品30 gを量り、内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に入れ、塩酸（1→10）1,000 mLを1分間15～20 mLの速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液10 mLを量り、塩化物の試験を行い、その量が0.01 mol/L塩酸0.3 mLに対応する量以下になるまで水洗し、基準型（H型）を作る。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品30 gを量り、内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に入れ、水酸化ナトリウム溶液（1→25）1,000 mLを1分間15～20 mLの速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、基準型（OH型）を作る。

(1) 固形分 25%以上

「イオン交換樹脂（粒状）」の純度試験(1)を準用する。

(2) 水可溶物 0.50%以下

検体10.0 gを量り、水1,000 mLを加えて懸濁し、時々かき混ぜながら5時間抽出する。この懸濁液を内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液50 mLを量り、注意しながら蒸発した後、110℃で3時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

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

(3) 鉛 Pbとして2 μg/g以下（2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式）

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.03 μg/g以下（~~検体~~0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B）

総イオン交換容量 陽イオン交換樹脂は（I）、陰イオン交換樹脂は（II）により試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g以上

純度試験の検体約5 gを精密に量り、0.2 mol/L水酸化ナトリウム溶液500 mLを正確に量って加え、時々振り混ぜながら12時間放置する。この懸濁液を内径7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液10 mLを正確に量り、0.05 mol/L硫酸で滴定する（指示薬 メチルオレンジ試液3滴）。別に空試験を行い、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 （ミリ当量/g）

$$= \frac{\text{空試験における} 0.05\text{mol/L 硫酸の消費量 (mL)} - \text{本試験における} 0.05\text{mol/L 硫酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

(II) 陰イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

純度試験の検体約 5 g を精密に量り、0.2mol/L 塩酸 500 mL を正確に量って加え、時々振り混ぜながら 12 時間放置する。この懸濁液を内径 7.5cm のメンブランフィルター（孔径 1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液 10 mL を正確に量り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に空試験を行い、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

空試験における 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL) - 本試験における 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

$$= \frac{\text{空試験における} 0.1\text{mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における} 0.1\text{mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

イオン交換樹脂（懸濁液）

性状 本品は、褐色、淡赤褐色又は白色の懸濁液で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 以下の (I) 又は (II) の試験を行うことにより、陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 0.5 mL に水 5 mL 及び強酸性陽イオン交換樹脂 1 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 1 時間反応させた後、脱脂綿を載せた漏斗でろ過する。このろ液に塩化ナトリウム 0.3 g を加え、3 分間振り混ぜた後、メチルレッド試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、赤色を呈する。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 0.5 mL に水 5 mL 及び強塩基性陰イオン交換樹脂 1 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 1 時間反応させた後、脱脂綿を載せた漏斗でろ過する。このろ液に塩化ナトリウム 0.3 g を加え、3 分間振り混ぜた後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、**紅赤色**を呈する。

純度試験 (1) 固形分 4.0% 以上

本品 1.0 g を量り、105°C で 5 時間乾燥した後、質量を量る。

(2) 水可溶物 0.50w/v % 以下

本品 100 mL を量り、内径約 7.5cm のメンブランフィルター（孔径 0.05 μm）を装着した加圧ろ過器でろ過する。このろ液 10 mL を量り、注意しながら蒸発した後、105°C で 3 時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

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

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 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)

総イオン交換容量 陽イオン交換樹脂は (I)、陰イオン交換樹脂は (II) により試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

固形分約 0.2 g に対応する量の本品を精密に量り、あらかじめ強酸性陽イオン交換樹脂 10 mL を充填した内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に 1 分間約 2 mL の速さで流出させた後、水約 20 mL を同様の速さで流出させる。更に、水約 80 mL を 1 分間 15～20 mL の速さで流して水洗する。流出液及び洗液は、すべてビーカーに合わせ、塩化ナトリウム約 1 g を加えた後、pH 計を用いて 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH7.0 になるまで滴定を行う。別に空試験を行い補正し、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

$$= \frac{\text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 0.1 \text{ (ミリ当量/g)}$$

(II) 陰イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

固形分約 0.2 g に対応する量の本品を精密に量り、あらかじめ強塩基性陰イオン交換樹脂 10 mL を充填した内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に 1 分間約 2 mL の速さで流出させた後、水約 20 mL を同様の速さで流出させる。更に水約 80 mL を 1 分間 15～20 mL の速さで流して水洗する。流出液及び洗液は、すべてビーカーに合わせ、塩化ナトリウム約 1 g を加えた後、pH 計を用いて 0.1 mol/L 塩酸で pH7.0 になるまで滴定を行う。別に空試験を行い補正し、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

$$= \frac{\text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (mL)} - \text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 0.1 \text{ (ミリ当量/g)}$$

イソアミラーゼ

Isoamylase

枝切り酵素

定 義 本品は、細菌 (*Bacillus* 属, *Flavobacterium odoratum*, *Naxibacter* sp., *Pseudomonas amyloclavata* に限る。) の培養物より得られた、デンプン系多糖類の α -1, 6-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、イソアミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $5 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として $3 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

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、生菌数は50000以下である。
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

イソアミラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 g を量り、酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、この液を更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

ワキシコーンスターチ 0.50 g を量り、50mL の水に懸濁し、かくはんしながら加熱して完全に溶解する。この液に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製し、調製後は 45°C に保温する。

あらかじめ 45°C に加温した酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.1mL を量り、基質溶液 0.35mL 及び試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜた後、45°C で 15 分間加温する。この液にヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) 0.5mL を加え、室温で 15 分間放置後、水 10mL を加えて混合し、検液とする。別に酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.1mL を量り、基質溶液 0.35mL を加え、45°C で 15 分間加温した後、ヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) 0.5mL を加える。この液に試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜ、室温で 15 分間放置後、水 10mL を加えて混合し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、この液を更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

分枝デキストリン 0.40 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) 40mL を加えて溶かした後、同緩衝液を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 6 mL を量り、50°C で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、50°C で 30 分加温した後、トリクロロ酢酸・硫酸試液 2mL を加えてよく振り混ぜる。この液にヨウ素試液 (2.75mmol/L) 1mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 15 分間放置し、検液とする。別に試料液 1mL を量り、トリクロロ酢酸・硫酸試液 2mL を加えて混和した後、基質溶液 6 mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 15 分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 1.5 g を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し、500mL

としたもの、又は、この液を更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

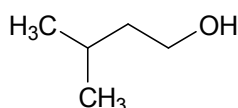
ワキシーコーンスターチ（リントナー可溶化）4.2 g を量り、300mL の水に懸濁し、かくはんしながら加熱し、5 分間沸騰させた後、冷却する。この液に pH3.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）50mL 及び水を加えて 500mL としたものを基質溶液とする。用時調製し、調製後は 40℃ に保温する。

あらかじめ 40℃ に加温した基質溶液 3 mL を量り、試料液 0.5mL を加え直ちに振り混ぜ、40℃ で 30 分間加温する。この液 0.5mL を量り、硫酸（1→1800）15mL に加え、ヨウ素試液（0.005mol/L）0.5mL を加えて、25℃ で 15 分間放置し、検液とする。別にあらかじめ 40℃ に加温した基質溶液 3mL を量り、試料液 0.5mL を加えて振り混ぜ、直ちにその 0.5mL を量り、硫酸（1→1800）15mL に加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

イソアミルアルコール

Isoamyl Alcohol



$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

3-Methylbutan-1-ol [123-51-3]

含量 本品は、イソアミルアルコール（ $C_5H_{12}O$ ）98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

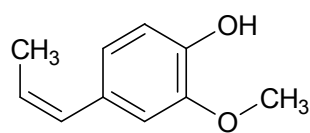
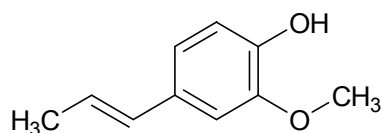
~~純度試験~~—(1)—**屈折率** $n_D^{20}=1.404\sim 1.410$

—(2)—**比重** $d_{25}^{25}=0.806\sim 0.813$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソオイゲノール

Isoeugenol



$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

2-Methoxy-4-(prop-1-en-1-yl)phenol [97-54-1]

含 量 本品は、イソオイゲノール (C₁₀H₁₂O₂) ~~99.0vol~~98.5以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄褐色の透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.572\sim1.577$

比 重 $d_{25}^{25}=1.081\sim1.087$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.572\sim1.577$~~

~~(2) 比重 1.083～1.090~~

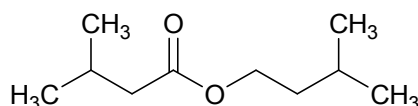
~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

~~定量法 香料試験法中のフェノール類含量により定量する。ただし、30分間放置する代わりに、30分間水浴中で加熱した後、室温まで放冷する。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

イソ吉草酸イソアミル

Isoamyl Isovalerate



C₁₀H₂₀O₂

分子量 172.26

3-Methylbutyl 3-methylbutanoate [659-70-1]

含 量 本品は、イソ吉草酸イソアミル (C₁₀H₂₀O₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

~~確認試験 本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなり、3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。この液に硫酸 (1→20) を加えて酸性とするとき、イソ吉草酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.411\sim1.414$

比 重 $d_{25}^{25}=0.851\sim0.857$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.411\sim1.414$~~

~~(2) 比重 0.855～0.858~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール8.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0 以下 (香料試験法)~~

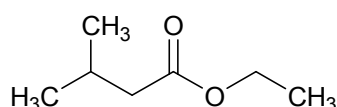
~~定量法 本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=86.13g-C₁₀H₂₀O₂~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

イソ吉草酸エチル

Ethyl Isovalerate



$C_7H_{14}O_2$

分子量 130.18

Ethyl 3-methylbutanoate [108-64-5]

含量 本品は、イソ吉草酸エチル ($C_7H_{14}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

確認試験 ~~本品1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mlを加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなる。冷後、硫酸(1→20)を加えて酸性とするとき、イソ吉草酸のにおいを発する。~~ 本品を赤外吸収スペクトル法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.395\sim1.399$

比重 $d_{25}^{25}=0.861\sim0.865$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.393\sim1.399$~~

~~(2) 比重 $0.865\sim0.869$~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール6.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0以下 (香料試験法)~~

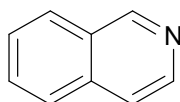
定量法 ~~本品約0.7gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液1ml=65.09mg $C_7H_{14}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソキノリン

Isoquinoline



C_9H_7N

分子量 129.16

Isoquinoline [119-65-3]

含量 本品は、イソキノリン (C_9H_7N) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白色～淡黄色の固体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。なお、固体の場合は40℃の水浴中で加温して融解し、試料とする。

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{30}=1.618\sim1.624$~~

~~(2) 比重 $d_{30}^{30}=1.093\sim1.099$~~

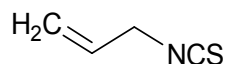
定量法 ~~本品0.1gを量り、エタノール1mlを加えて溶かしのエタノール(95)溶液(1→10)を~~ 検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。 ~~ただし、カラム温度は、150℃から~~ で注入し、 ~~毎分5℃で~~ 230℃まで ~~昇温し、230℃に到達後、~~ を

24 分間保持する。

イソチオシアン酸アリル

Allyl Isothiocyanate

揮発ガイン油



C₄H₅NS

分子量 ~~99.16~~99.15

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

含 量 本品は、イソチオシアン酸アリル (C₄H₅NS) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、カラシのような強い刺激性のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 3ml をとり、冷却しながら徐々に硫酸 4ml を加えて振り混ぜるとき、ガスを発生し、液は、黄色透明で、次第に粘稠となり、カラシのような強い刺激性のにおいはなくなる。~~

~~(2) 本品 2ml にエタノール 3ml 及びアンモニア試液 4ml を加え、約 50℃ に加温した後放置するとき、初めは透明であるが、約 3 時間後に結晶の析出を認める。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.528\sim1.532$

比 重 $d_{20}^{20}=1.018\sim1.024$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.528\sim1.531$~~

~~(2) 比重 1.018～1.023~~

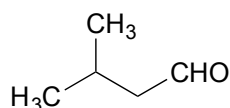
~~(3) フェノール類及びチオシアン酸化合物~~ 本品 1.0mL を量り、エタノール (95) 5 mL を加えて溶かし、~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、赤色又は青色を呈さない。

定 量 法 本品約 3 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、アンモニア試液 5 mL を加え、更に 0.1mol/L 硝酸銀溶液 50mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に 100mL とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液約 10mL を捨て、次のろ液 50mL を正確に量り、硝酸 5 mL 及び ~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 2 mL 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。別に空試験を行う。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 4.958mg C₄H₅NS

イソバレラルデヒド

Isovaleraldehyde



C₅H₁₀O

分子量 86.13

3-Methylbutanal [590-86-3]

含 量 本品は、イソバレルアルデヒド (C₅H₁₀O) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.387\sim1.408$

比 重 $d_{20}^{20}=0.795\sim0.815$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.387\sim1.408$~~

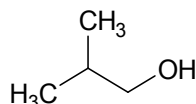
~~(2) 比重 $0.795\sim0.815$~~

~~(3) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件~~(2)~~(3)により定量する。

イソブタノール

Isobutanol



C₄H₁₀O

分子量 74.12

2-Methylpropan-1-ol [78-83-1]

含 量 本品は、イソブタノール (C₄H₁₀O) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.392\sim1.398$

比 重 $d_{25}^{25}=0.799\sim0.801$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.392\sim1.398$~~

~~(2) 比重 $d_{25}^{25}=0.799\sim0.801$~~

~~(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)~~

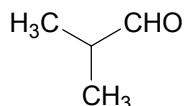
定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソブチルアルデヒド

Isobutyraldehyde

Isobutanal

イソブタナル



C₄H₈O

分子量 72.11

2-Methylpropanal [78-84-2]

含量 本品は、イソブチルアルデヒド (C₄H₈O) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.369 \sim 1.379$

比重 $d_{25}^{25} = 0.783 \sim 0.791$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.369 \sim 1.379$~~

~~(2) 比重 $d_{25}^{25} = 0.783 \sim 0.791$~~

~~(3) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

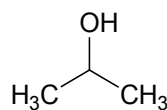
定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(23)により定量する。

イソプロパノール

Isopropanol

イソプロピルアルコール

2-プロパノール



C₃H₈O

分子量 60.10

Propan-2-ol [67-63-0]

含量 本品は、イソプロパノール (C₃H₈O) 99.7%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$

比重 $d_{20}^{20} = 0.784 \sim 0.788$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$~~

~~(2) 比重 $0.784 \sim 0.788$~~

~~(3) (1) 遊離酸~~ 本品 15.0 mL に新たに煮沸し冷却した水 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20 mL を加えるとき、液は、赤色に変わる。

~~(4) (2) 鉛 Pb~~ として ~~1.0~~ 1 μg/g 以下 (4.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品を加熱して蒸発乾固する。残留物に硫酸 1 mL を加えて、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉に入れ、500°C で 3 時間加熱する。塩酸 (1 → 4) 10 mL を加え、加熱して蒸発乾固した後、硝酸 (1 → 150) を加えて溶かして 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確

に量り、硝酸(1→150)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

~~本品10.0gを量り、加熱して蒸発乾固する。冷後、硫酸1mlを加え、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉に入れ、500℃で3時間加熱する。塩酸(1→4)10mlを加え、加熱して蒸発乾固した後、硝酸(1→150)を加えて10mlとし、検液とする。別に鉛標準液1.0mlを量り、硝酸(1→150)を加えて10mlとし、比較液とする。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。~~

(5)(3) 蒸発残留物 0.002w/v%以下

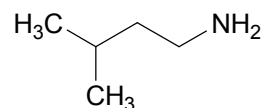
あらかじめ105℃で30分間加熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量った蒸発皿に本品100mLを入れ、水浴上で蒸発乾固し、105℃で30分間又は恒量になるまで加熱し、その質量を量る。

水分 0.20%以下 (10g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソペンチルアミン

Isopentylamine



C₅H₁₃N

分子量 87.16

Isopentylamine [107-85-7]

含量 本品は、イソペンチルアミン(C₅H₁₃N)98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～微黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

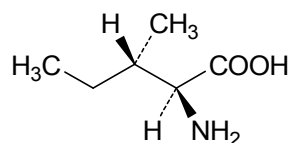
~~純度試験~~ (1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.405 \sim 1.411$

~~(2) 比重~~ $d_{20}^{20} = 0.747 \sim 0.753$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、カラムは、内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25～1μmの厚さで被覆したものを使用~~す~~用いる。

L-イソロイシン

L-Isoleucine



C₆H₁₃NO₂

分子量 131.17

(2S,3S)-2-Amino-3-methylpentanoic acid [73-32-5]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-イソロイシン (C₆H₁₃NO₂) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあ
り、わずかに苦味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3
分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +41.5^\circ$ (2 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

pH 5.5~7.0 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +41.5^\circ$ (2 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, 水 20mL 塩酸試液 (1 mol/L) 10mL)~~

~~(3) 液性 pH 5.5~7.0 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30 mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 加温溶解, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 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, フレーム方式)

~~(6) (4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装
置 B)~~

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.12 mg C₆H₁₃NO₂

イヌリナーゼ

Inulinase

イヌラーゼ

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Penicillium purpurogenum*, *Trichoderma* 属に限る。) の培養物より得られた、イヌリンを加水分解する酵素である。食
品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化,
希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか
又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、イヌリナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第3法により
操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

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、生菌数は 50000 以下である。
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサ
ルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

イヌリナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

イヌリン (チコリ由来) 1.50 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加え、水浴中で混ぜながら加熱して溶かし、更に同緩衝液を加え 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 0.2mL を量り、50°C で 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加え直ちに振り混ぜ、50°C で 30 分間加温する。この液に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.2mL を加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 8.4mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試験管に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.2mL を量り、基質溶液 0.2mL 及び試料液 0.2mL を加え直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 8.4mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 1.0 g を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

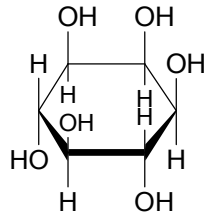
イヌリン (ダリア由来) 0.56 g を量り、水 70mL にかき混ぜながら徐々に加え、水浴中で加熱して溶かし、pH4.5 の酢酸緩衝液 (1mol/L) 10mL を加え、更に水を加え 100mL としたものを基質溶液とする。試験管に基質溶液 1.8mL を量り、40°C で 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 20 分間加温する。この液に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、検液とする。別に試験管に試料液 0.2mL を量り、40°C で 5 分間加温し、3, 5 - ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液に基質溶液 1.8mL を加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

myo-イノシトール

myo-Inositol

myo-イノシット



$C_6H_{12}O_6$

分子量 180.16

(1*R*, 2*S*, 3*S*, 4*R*, 5*R*, 6*S*)-cyclohexane-1, 2, 3, 4, 5, 6-hexol [87-89-8]

定義 本品は、イノシトールのうち、*myo*-イノシトールを成分とするものであり、イネ (*Oryza sativa* Linné *Oryza sativa* L.) の種子より得られた米ぬか若しくはトウモロコシ (*Zea mays* Linné *Zea mays* L.) の種子から得られたフィチン酸を分解したものより、又はテンサイ (*Beta vulgaris* Linné *Beta vulgaris* L.) の糖液若しくは糖蜜より、分離して得られたものである。

含量 本品を乾燥したものは、*myo*-イノシトール ($C_6H_{12}O_6$) 97.0%以上を含む。

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、 $3\bar{=}380\text{cm}^{-1}$ 、 $3\bar{=}220\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}446\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}147\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}114\text{cm}^{-1}$ 及び $1\bar{=}049\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 223~227°C

純度試験 ~~(1) 融点 223~227°C~~

~~(2)~~ (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.005%以下 (2.0 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL)

~~(4)~~ (3) 硫酸塩 SO_4 として 0.006%以下 (4.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(5) 重金属 Pb として 25 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5 mL)~~

(4) 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, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) 鉄 Fe として 5.0 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉄標準液 0.5 mL)

~~(7)~~ (6) カルシウム 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、シュウ酸アンモニウム、シュウ酸アンモニウム水和物溶液 (1→30) 1 mL を加え、1 分間放置するとき、液は、澄明である。

~~(8)~~ (7) ヒ素 As_2O_3 として 2.0 1.5 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(9)~~ (8) 還元性物質 本品 0.50 g を水 10 mL に溶かし、フェーリング試液 5 mL を加えて 3 分間加熱した後 30 分間放置するとき、帯黄だいたい~赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 4 時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品及び定量用 *myo*-イノシトールを乾燥し、それぞれ約 0.2 g を精密に量り、水 30 mL と 1-プロパノール溶液 (3→25) 5 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて正確に 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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う。検液及び標準液の 1-プロパノールのピーク面積に対する *myo*-イノシトールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

myo-イノシトール ($C_6H_{12}O_6$) の含量 (%)

定量用 *myo*-イノシトールの採取量 (g) Q_T

$$= \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{Q_s} \times 100 \text{ (％)}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 6~8 μm 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 30cm のステンレス管

カラム温度 65℃付近の一定温度

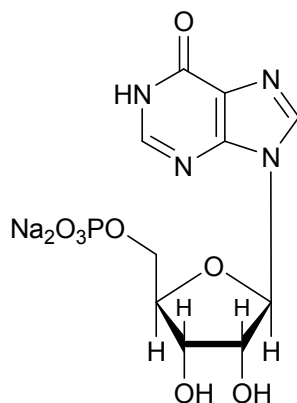
移動相 水

流量 *myo*-イノシトールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

5'-イノシン酸二ナトリウム

Disodium 5'-Inosinate

5'-イノシン酸ナトリウム



$C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P$

分子量 392.17

Disodium inosine 5'-monophosphate [4691-65-0]

含量 本品を無水物換算したものは、5'-イノシン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P$) 97.0 ~102.0% を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 mL に オルシン・エタノール溶液 (1→10) オルシノー
ル・エタノール試液 0.2 mL を加え、更に 硫酸第三鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000) 硫酸ア
ンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は、緑色を呈す
る。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL にマグネシア試液 2 mL を加えるとき、沈殿を生じない。次
に、硝酸 7 mL を加え、10 分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した
液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

(3) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 mL を加えて溶かした液は、波長 248~252nm に極
大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (0.50 g, 水 10~~mL~~)

~~(2) 液性 pH7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして1 μ g/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4)(3) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5)(4) 吸光度比 本品 0.020g20mgを量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして1,000~~mL~~とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nmにおけるそれぞれの吸光度A₁, A₂及びA₃を測定するとき, A₁/A₂は 1.55~1.65, A₃/A₂は 0.20~0.30 である。

(6)(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 gを量り, 水を加えて溶かして20~~mL~~とし, 検液とする。検液 1~~mL~~を量り, 対照液を用いず, 1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6:5:2)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, 暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき, 一つのスポットのみを認める。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 (蛍光剤入り)を担体とし, 110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

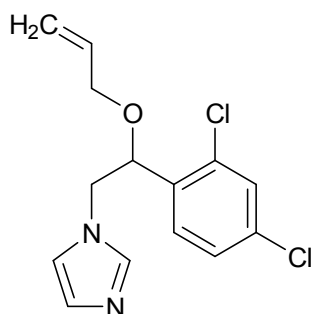
水分 29.0%以下 (0.15 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし, 水分測定用試液を過量に加え, 20分間かき混ぜた後, 滴定を行う。

定量法 本品約 0.5 gを精密に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この液 10~~mL~~を正確に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて正確に 250~~mL~~とし, 検液とする。波長 250nmにおける検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

$$\frac{5 \text{ } \mu\text{-イノシン酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)}{250 \times A} \times 100 \text{ (\%)} \\ = \frac{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \times 310.0$$

イマザリル

Imazalil



C₁₄H₁₄Cl₂N₂O

分子量 297.18

1-[(2RS)-2-(Allyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1H-imidazole [35554-44-0]

含量 本品は, イマザリル (C₁₄H₁₄Cl₂N₂O) 97.5%以上を含む。

性状 本品は, 淡黄~淡褐色の結晶性の粉末又は塊で, においが無い。

確認試験 本品 ~~0.04g~~40mg に ~~0.1mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.1mol/L) 10~~mL~~mL を加えて溶かし、更に 2-プロパノールを加えて溶かし、100~~mL~~mL とした液は、波長 263~267nm, 270~274nm 及び 278~282nm に極大吸収部がある。

融点 49~54°C

純度試験 (1) ~~融点~~ 49~54°C

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (粉末 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 1.0mL)~~
鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、~~メチルエチルケトン~~2-ブタノン/酢酸混液 (7 : 3) を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 ~~α-ナフトールベンゼイン試液~~p-ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。終点は、液のだいたい色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.72mg C₁₄H₁₄Cl₂N₂O

インベルターゼ

Invertase

サッカラーゼ

シュークラーゼ

スクラーゼ

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus japonicus*に限る。), 酵母 (*Kluyveromyces lactis*, *Saccharomyces cerevisiae*に限る。) 又は細菌 (*Arthrobacter*属, *Bacillus*属に限る。) の培養物より得られた、β-D-フラクトフラノシドの非還元末端側の残基を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、インベルターゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

インベルターゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認め

られる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

スクロース 20.0 g を量り、水に溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 5 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL を加え、30°C で 5 分間放置した後、試料液 1 mL を加えて混和し、30°C で 10 分間放置する。この液に水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 10mL を加えてよく振り混ぜ、フェーリング試液 20mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、冷後、この液にヨウ化カリウム試液 (β-アミラーゼ・インベルターゼ活性試験用) 5 mL を加え、次に硫酸 (4→25) 10mL を加えてよく振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液 5 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL 及び水 1 mL を加え、30°C で 15 分間放置する。この液に水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 10mL を加えてよく振り混ぜ、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性デンプン試液 2～3 滴) するとき、検液の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水で 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

スクロース 11.2 g を量り、水 70mL を加えて溶かし、pH4.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、更に水を加え 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1.8mL を量り、30°C で 5 分間放置した後、試料液 0.2mL を加えて直ちに振り混ぜ、30°C で 10 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、検液とする。別に試料液の代わりに水 0.2mL を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

ウェランガム (新規)

Welan Gum

ウェラン多糖類

定 義 本品は、スフィンゴモナス属細菌 (*Sphingomonas* sp. に限る。) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。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～褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 g を水 100mL にかき混ぜながら加えるとき、粘稠な溶液となる。

(2) (1) の溶液 1 mL を量り、水を加えて 10mL とする。この液 2 mL にアセトン 5 mL を加え、よく振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

(3) 水 9 mL に水酸化カルシウム 1 g を分散させた液に(1)の溶液 10 mL を加えよくかき混ぜるとき、ゲルを生成することなく粘稠な溶液となる。

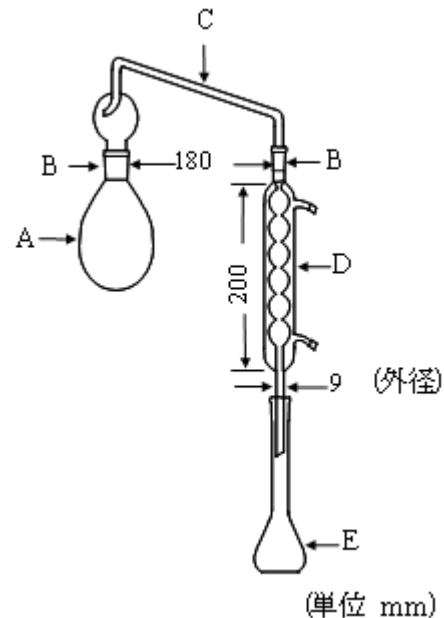
純度試験 (1) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

(3) 2-プロパノール 0.50% 以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (300 mL)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (100 mL)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、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 2~3 mL の留出速度で蒸留して、留液約 90 mL を採り、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチルー 2-プロパノール溶液 (1 → 1000) とする。別に、2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチルー 2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2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 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 1 g をリン酸緩衝液, 0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 300mL と混合して均一に分散させ, 35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 1 g を乳糖ブイオン培地 300mL と混合して均一に分散させ, 35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし, この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

ウコン色素

Curcumin

Turmeric Oleoresin

クルクミン

ターメリック色素

定 義 本品は, ウコン (~~*Cureuma longa*~~ *Curcuma longa* L.) の根茎から得られた, クルクミ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 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は ~~1,500~~ 以上で, その表示量の 90~110%を含む。

性 状 本品は, 黄~暗赤褐色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, 特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 200 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は, 黄色を呈し, 淡緑色の蛍光がある。

(2) 本品にエタノール (95) を加えて溶かした液は, 波長 420~430nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液に, 塩酸を液の色がわずかにだいたい色を呈するまで加え, 検液とする。検液にホウ酸を加えるとき, 液は赤だいたい色を呈する。

(4) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液を, 毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し, 上澄液を検液とする。検液 5 ~~mL~~ μL を量り, 対照液を用いず, エタノール (95) / 3-メチルー 1-ブタノール / 水 / アンモニア水 (28) 混液 (4 : 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, 自然光及び紫外線 (波長 366nm 付近) で観察するとき, Rf 値が 0.40~0.85 の範囲に 2 個以上の黄色のスポットを認め, 紫外線下で, すべてのスポットは黄色の蛍光を発する。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 担体とし, 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 40 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第 1 法)~~ 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛

標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(9)~~(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3 μ g/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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

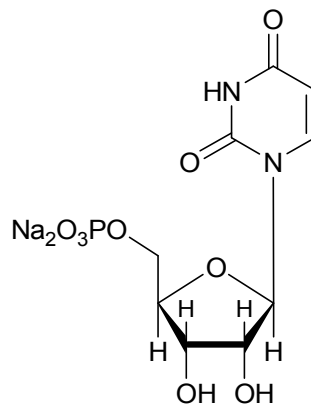
測定溶媒 エタノール (95)

測定波長 波長 420~430nm の極大吸収部

5´-ウリジル酸二ナトリウム

Disodium 5´-Uridylate

5´-ウリジル酸ナトリウム



$C_9H_{11}N_2Na_2O_9P$

分子量 ~~368.15~~368.14

Disodium uridine 5´-monophosphate [3387-36-8]

含量 本品を無水物換算したものは、5´-ウリジル酸二ナトリウム ($C_9H_{11}N_2Na_2O_9P$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10~~000~~) 3~~mL~~mLに塩酸 1~~mL~~mL及び臭素試液 1~~mL~~mLを加え、水浴上で30分間加熱し、空気を吹きこんで臭素を除いた後、~~ホルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ホルシノール・エタノール試液 0.2~~mL~~mLを加える。この液に~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3~~mL~~mLを加え、水浴中で20分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 5~~mL~~mLにマグネシア試液 2~~mL~~mLを加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7~~mL~~mLを加えて10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25)を加えて中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品 ~~0.02g~~20mgに塩酸 (1→1~~000~~) 1~~000~~mLを加えて溶かした液は、波長 260~264nmに極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど透明 (0.50 g, 水 10~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.0～8.5 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(5)(4) 吸光度比 本品 0.020g-20mg~~を量り、塩酸(1→1,000)を加えて溶かして1,000~~mL~~とする。この液の波長250nm, 260nm及び280nmにおけるそれぞれの吸光度A₁, A₂及びA₃を測定するとき、A₁/A₂は0.70～0.78, A₃/A₂は0.34～0.42である。

~~(6)(5) 他の核酸分解物~~ 本品0.10gを量り、水を加えて溶かして10~~mL~~とし、検液とする。検液1~~µL~~を量り、対照液を用いず、エタノール(95)/~~エチレンジグリコールモノメチルエーテル 2-メトキシエタノール~~/塩酸(1→10)混液(2:2:1)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、暗所で紫外線(波長約250nm)下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。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微結晶セルロースを担体とし~~, 60～80℃で20分間乾燥したものを使用する。

水分 26.0%以下(0.15g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用試液を過量に加え、20分間かき混ぜた後、滴定を行う。

定量法 本品約0.5gを精密に量り、塩酸(1→1,000)を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この液10~~mL~~を正確に量り、塩酸(1→1,000)を加えて正確に250~~mL~~とし、検液とする。波長260nmにおける検液の吸光度Aを測定し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} &5\text{-ウリジル酸二ナトリウム (C}_9\text{H}_{11}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_9\text{P) の含量 (\%)} \\ &= \frac{0.5 \times 1.859 \times A}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \end{aligned}$$

ウレアーゼ

Urease

定義 本品は、細菌(*Arthrobacter*属, *Lactobacillus fermentum*に限る。)の培養物より得られた、尿素を加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、ウレアーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ウレアーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 1.0 g を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

尿素 0.6 g を水に溶かして 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 0.5 mL に酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) 2.5 mL を加え、37°C で 5 分間加温した後、あらかじめ 37°C で加温した基質溶液 1.0 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 37°C で 30 分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液 (1→10) 4 mL を加えて振り混ぜる。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、4 mL を量り、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 2 mL を加え静かに振り混ぜた後、次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (ウレアーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し室温まで冷却し、検液とする。別に試料液 0.5 mL に酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) 2.5 mL を加え、37°C で 35 分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液 (1→10) 4 mL を加えて振り混ぜ、基質溶液 1.0 mL を加える。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、4 mL を量り、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 2 mL を加え静かに振り混ぜた後、次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (ウレアーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し室温まで冷却し、比較液とする。

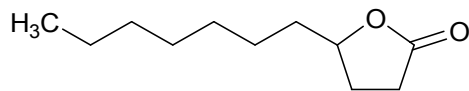
検液及び比較液につき、波長 640 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液上清について測定する。

γ-ウンデカラクトン

γ-Undecalactone

ウンデカラクトン



C₁₁H₂₀O₂

分子量 184.28

5-Heptyldihydrofuran-2(3H)-one [104-67-6]

含量 本品は、γ-ウンデカラクトン (C₁₁H₂₀O₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、モモようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.448 \sim 1.453$

比重 $d_{25}^{25}=0.941\sim 0.944$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.449\sim 1.455$~~

~~(2) 比重 $0.944\sim 0.948$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 60vol%エタノール5.0mL)~~

~~(4) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1mL=92.14mg $C_{14}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

エキソマルトテトラオヒドロラーゼ

Exomaltotetrahydrolase

G4生成酵素

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。)

若しくは細菌 (*Pseudomonas stutzeri*に限る。)の培養物より得られた、デンプンに作用し、非還元末端からマルトテトラオース単位で加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、エキソマルトテトラオヒドロラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第5法, 比較液 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

エキソマルトテトラオヒドロラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品1.0gを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.004mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に先の緩衝液で10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.0gを量り、50mLの水に懸濁し、デンプンが沈殿しないように時々振り混ぜながら加熱し、5分間沸騰させる。冷後、この液にpH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)10mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試料液0.5mLを40℃に加温した基質溶液10mLに加え、振り混ぜながら40℃で20分間加温する。この液を水浴中で10分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液0.5mLを基質溶液10mLに加えて直ちに水浴中で10分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、比較液とする。別にマルトテトラオース50mgを量り、水を加えて溶かし10mLとし、標準液とする。検液、比較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とき、検液には、マルトテトラオースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のマルトテトラオースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約25μmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ag型）

カラム管 内径約5～20mm、長さ20～40cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃

移動相 水

流量 0.3～1.0mL/分

第2法

本品0.50gを量り、水又はpH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液（0.004mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

乾燥物5.0gに対応する可溶性デンプンを量り、300mLの水に懸濁し、デンプンが沈殿しないように時々振り混ぜながら5分間沸騰させ、冷後、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液（0.004mol/L）50mL及び水を加えて500mLとしたものを基質溶液とする。

40℃に加温した基質溶液5mLに試料液0.2mLを加えて混和し、40℃で20分間加温し、この液1mLを量り、ソモギー銅試液2mLを入れた試験管に直ちに加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で10分間加熱する。冷後、ネルソン試液2mLを加え混和し、室温で30分間放置した後、水5mLを加え、検液とする。別に40℃に加温した基質溶液5mLに試料液0.2mLを加えて混和し、直ちにこの液1mLを量り、ソモギー銅試液2mLを入れた試験管に加えて混和し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長520nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

エステラーゼ

Esterase

定義 本品は、動物の肝臓、魚類、糸状菌（*Aspergillus*属に限る。）、酵母（*Candida*属、*Torulopsis*属に限る。）若しくは細菌（*Pseudomonas*属に限る。）の培養物より得られた、エステルを加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいい

又は特異なおいがある。

確認試験 本品は、エステラーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 μ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

エステラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水又はpH6.5のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し30mL又は50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

クロロゲン酸-水(2/1) 50mgを量り、メタノール1.0mLを加えて溶かし、pH6.5のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.5mLを量り、30℃で2分間放置した後、あらかじめ30℃で加温した試料液0.03mLを加え直ちに振り混ぜ、30℃で30分間放置する。この液に80vol%メタノール10mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、30℃で30分間放置した後、80vol%メタノール10mLを加えて直ちに振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長350nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

エステルガム

Ester Gum

定義 本品は、ロジン又はその重合物~~など等~~の誘導体のエステル化合物である。本品には使用するアルコールによりグリセリン系エステルガム、~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガム、メタノール系エステルガム~~など等~~がある。

性状 本品は、白～帯黄白色の粉末、淡黄～淡褐色のガラス状の塊又は澄明で、粘稠な液体で、においがなく又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに無水酢酸10~~mL~~mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷後、硫酸1滴を加えるとき、紫赤色を呈する。

(2) 本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→25) 5~~mL~~mL及び水5~~mL~~mLを加えて激しく振り混ぜるとき、白～淡黄色に濁り、持続する泡を生じる。

(3) グリセリン系エステルガム又は~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガムの場合 本品約5gを量り、100~~mL~~mLフラスコに入れ、水酸化カリウム・1-ヘキサノール溶液(1→10)40~~mL~~mLを加え、還流冷却器をつけて2時間還流する。この液にジエチルエーテル40~~mL~~mL

及び水 40 ~~mL~~ mL を加えて混合した後、分液漏斗に移し、塩酸（1→4）で pH1.0～1.5 に調整し、放置する。2層に分離した後、下層の水層部をとり、減圧下で加熱して水分を留去し、乾固する。この乾固物約 0.1 g にシリル化試液 1 ~~mL~~ mL を加え、70℃で 20 分間加温し、シリル化し、検液とする。別にグリセリン系エステルガムの場合はグリセリン、~~ペンタエリスリトール~~ ペンタエリトリトール系エステルガムの場合は ~~ペンタエリスリトール~~ ペンタエリトリトール 約 ~~0.05g~~ 50mg を量り、シリル化試液 1 ~~mL~~ mL を加え、検液の 場合調製 と同様にシリル化し、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でガス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、標準液のシリル化グリセリン又はシリル化 ~~ペンタエリスリトール~~ ペンタエリトリトール のピークの保持時間と一致する。ただし、溶媒由来のピークは除く。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん ~~てん~~ 充填剤

液相 担体に対して 5% ~~の~~ メチルシリコンポリマー

担体 149～177µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 2mm, 長さ 2m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 約 50 ~~mL~~ mL / 分

- (4) メタノール系エステルガムの場合 本品約 5 g を量り、100 ~~mL~~ mL フラスコに入れ、水酸化カリウム・1-ヘキサノール溶液（1→10）40 ~~mL~~ mL を加え、還流冷却器をつけて 2 時間還流する。減圧下（15kPa）分留し、50℃での留分をとる。この留分に 1-ヘキサノール 5 g を加えて、検液とする。別にメタノール・1-ヘキサノール溶液（1→10）を調製し、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でガス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、標準液のメタノールのピークの保持時間と一致する。ただし、溶媒由来のピークは除く。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん ~~てん~~ 充填剤

液相 担体に対して 5% ~~の~~ メチルシリコ ン ポリマー

担体 149～177µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 2mm, 長さ 2m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 50℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 約 50 ~~mL~~ mL / 分

純度試験 (1) 溶状 澄明

本品 10 g を量り、トルエン 10 ~~mL~~ mL を加え、70～75℃に加温して溶かし、温時ろ過し、24 時間放置し、検液とする。

- (2) 酸価 8.0 以下

グリセリン系エステルガム 8.0 以下

~~ペンタエリスリトール~~ ペンタエリトリトール系エステルガム 18.0 以下

メタノール系エステルガム 8.0 以下

本品約 3 g を精密に量り、トルエン/エタノール (95) 混液 (2 : 1) 50 mL を量って加えて溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

~~(3) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

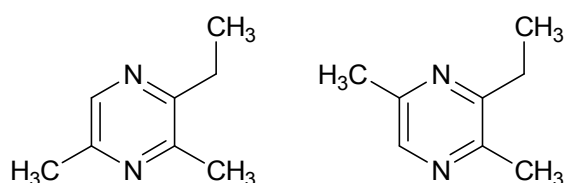
(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.10% 以下

2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物

2-Ethyl-3, (5 or 6)-dimethylpyrazine



C₈H₁₂N₂

分子量 ~~136.20~~ 136.19

Mixture of 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine and 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine [55031-15-7]

含量 本品は、2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物 (C₈H₁₂N₂) 95.0% 以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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) 屈折率~~ $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.506$

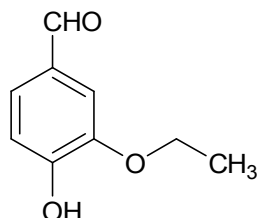
~~(2) 比重~~ $d_{20}^{20} = 0.950 \sim 0.980$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

エチルバニリン

Ethylvanillin

エチルワニリン



C₉H₁₀O₃

分子量 166.17

3-Ethoxy-4-hydroxybenzaldehyde [121-32-4]

含量 本品は、エチルバニリン (C₉H₁₀O₃) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色のりん片状の結晶又は結晶性の粉末で、バニラようのにおいと味がある。

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

融点 76～78℃

~~(1) 融点 76～78℃~~

~~(2) 溶状 澄明 (1.0 g, 60vol%エタノール10ml)~~

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

~~(4) ヒ素 As₂O₃として4.0µg/g以下 (0.50 g, 第4法, 装置B)~~

~~乾燥減量 0.5%以下 (4時間)~~

~~強熱残分 0.05%以下~~

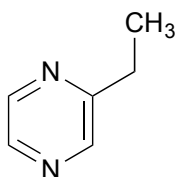
~~定量法 本品約1 gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1 ml = 83.09mg C₉H₁₀O₃~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

2-エチルピラジン

2-Ethylpyrazine



C₆H₈N₂

分子量 108.14

2-Ethylpyrazine [13925-00-3]

含量 本品は、2-エチルピラジン (C₆H₈N₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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

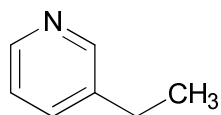
~~(1) 屈折率 n_D²⁰ = 1.493～1.508~~

~~(2) 比重 d₂₅²⁵ = 0.981～1.000~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

3-エチルピリジン (2013年8月6日告示)

3-Ethylpyridine



C_7H_9N

分子量 107.15

3-Ethylpyridine [536-78-7]

含量 本品は、3-エチルピリジン (C_7H_9N) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～褐色の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

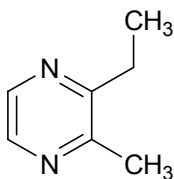
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率** $n_D^{20}=1.499\sim1.505$

~~(2)~~ **比重** $d_{25}^{25}=0.937\sim0.943$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2-エチル-3-メチルピラジン

2-Ethyl-3-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2-Ethyl-3-methylpyrazine [15707-23-0]

含量 本品は、2-エチル-3-メチルピラジン ($C_7H_{10}N_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～黄色の**澄明な**液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

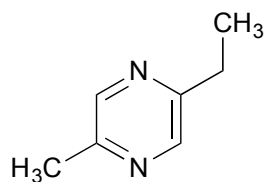
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率** $n_D^{20}=1.502\sim1.505$

~~(2)~~ **比重** $d_{25}^{25}=0.978\sim0.988$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2-エチル-5-メチルピラジン

2-Ethyl-5-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2-Ethyl-5-methylpyrazine [13360-64-0]

含量 本品は、2-エチル-5-メチルピラジン ($C_7H_{10}N_2$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

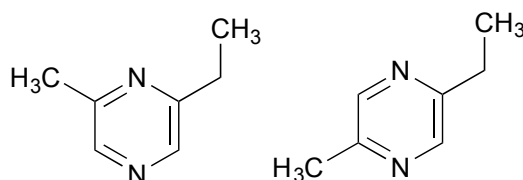
~~純度試験 (1)~~ 屈折率 $n_D^{20} = 1.491 \sim 1.501$

~~(2)~~ 比重 $d_{25}^{25} = 0.960 \sim 0.970$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラムは、内径 0.25～0.53 mm、長さ 30～60m のケイ酸ガラス製の細管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ポリエチレングリコールを 0.25～1 μm の厚さで被覆したものを使用~~す~~用いる。

2-エチル-6-メチルピラジン (2012年12月28日告示)

2-Ethyl-6-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

Mixture of 2-ethyl-6-methylpyrazine and 2-ethyl-5-methylpyrazine [36731-41-6]

定義 本品は、2-エチル-6-メチルピラジン及び2-エチル-5-メチルピラジンの混合物である。

含量 本品は、2-エチル-6-メチルピラジン及び2-エチル-5-メチルピラジン ($C_7H_{10}N_2$) の合計量として 95.0 %以上を含む。

性状 本品は、無～微黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

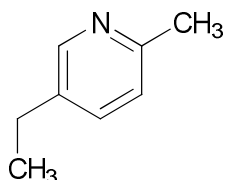
~~純度試験 (1)~~ 屈折率 $n_D^{20} = 1.492 \sim 1.502$

~~(2)~~ 比重 $d_{25}^{25} = 0.960 \sim 0.973$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

5-エチル-2-メチルピリジン

5-Ethyl-2-methylpyridine



$C_8H_{11}N$

分子量 121.18

5-Ethyl-2-methylpyridine [104-90-5]

含量 本品は、5-エチル-2-メチルピリジン ($C_8H_{11}N$) 96.5%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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)~~ 屈折率 $n_D^{20} = 1.495 \sim 1.502$

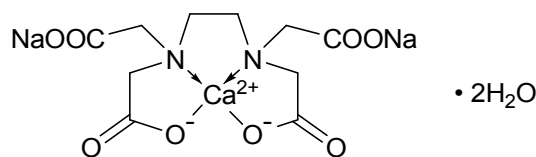
~~(2)~~ 比重 $d_{25}^{25} = 0.917 \sim 0.923$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム

Calcium Disodium Ethylenediaminetetraacetate

EDTAカルシウム二ナトリウム



$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

分子量 410.30

Disodium (ethylenediaminetetraacetato) calciate(2-)dihydrate [62-33-9, 無水物]

含量 本品を無水物換算したものは、エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム ($C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 = 374.27$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白~類白色の結晶性の粉末又は粒で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) は、カルシウム塩(2)の反応及びナトリウム塩の反応を呈する。

- (2) 本品 ~~0.05g~~50mg を、あらかじめ水 5 ~~mL~~mL にチオシアン酸アンモニウム溶液 (2→25) 2 滴及び ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2 滴を加えた液に入れて振り混ぜるとき、液の赤色は消える。

pH 6.5~8.0

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 15mL とした液について測定する。

~~純度試験 (1) 液性 pH6.5~8.0~~

~~本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 15mL とした液について測定する。~~

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

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

~~(2) (2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~(4) (3) マグネシウム錯化物質~~ 本品 1.0 g を量り、水 5 ~~mL~~mL を加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~mL を加え、0.1mol/L 酢酸マグネシウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴) とき、その消費量は、2.0 ~~mL~~mL 以下である。

水分 13.0%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

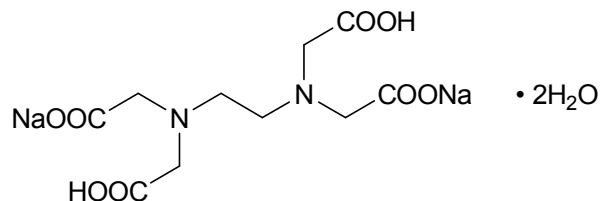
定量法 本品約 1 g を精密に量り、250 ~~mL~~mL のメスフラスコに入れ、水を加えて溶かして 250 ~~mL~~mL とする。この液 25 ~~mL~~mL を正確に量り、硝酸 (1→10) を用いて pH 約 2 に調整し、0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液 3 滴)。終点は、液の色が赤色を呈するときとする。更に無水物換算を行う。

0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液 1 ~~mL~~mL = 3.743mg C₁₀H₁₂CaN₂Na₂O₈

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム

Disodium Ethylenediaminetetraacetate

EDTA二ナトリウム



C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ • 2 H₂O

分子量 372.24

Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate [6381-92-6]

含量 本品は、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈ • 2 H₂O) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白～類白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(2) 「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の確認試験(2)を準用する。

pH 4.3~4.7

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 100mL とした液について測定する。

純度試験 (1) ~~液性 pH4.3~4.7~~

~~本品1.0gを量り、水を加えて溶かして100mlとした液について測定する。~~

(2) ~~重金属 Pbとして20µg/g以下~~

~~「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

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

~~(3)~~(2) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下

~~「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~ (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) シアン化物 CNとして1.0µg/g以下

本品1.0gを量り、丸底フラスコに入れ、水 100mLを加えて溶かし、リン酸 10mLを加えて蒸留する。受器にはあらかじめ水酸化ナトリウム溶液(1→50) 15mLを入れた100mLのメスシリンダーを用い、これに冷却器の先端を浸し、全量が100mLとなるまで蒸留し、検液試料液とする。検液試料液 20mLを量り、共栓試験管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加え、酢酸(1→20)で中和し、リン酸緩衝液(pH6.8) 5mL及びクロロミンT-p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1→500) 1mLを加えて直ちに栓をして穏やかに混和した後、2~3分間放置する。この液にピリジン・ピラゾロン試液 5mLを加えてよく混和し、20~30℃で50分間放置するとき、し、検液とする。検液の色は、比較液の色より濃くない。比較液の調製は、シアン標準液 1.0mLを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→50) 15mL及び水を加えて1,000mLとし、この液 20mLを量り、共栓試験管に入れ、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

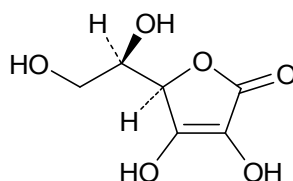
定量法 本品約0.4gを精密に量り、水 20mLを加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)~~アンモニウム緩衝液(pH10.7) 10mLを加え、0.05mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)。終点は、液の青色が赤色に変わるときとする。

0.05mol/L 塩化亜鉛溶液 1mL=18.61mg C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈·2H₂O

エリソルビン酸

Erythorbic Acid

イソアスコルビン酸



C₆H₈O₆

分子量 176.12

~~(5R)-3,4-Dihydroxy-5-[(1R)-1,2-dihydroxyethyl]furan-2(5H)-one~~

(5R)-5-[(1R)-1,2-Dihydroxyethyl]-3,4-dihydroxyfuran-2(5H)-one [89-65-6]

含量 本品を乾燥したものは、エリソルビン酸(C₆H₈O₆) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gにメタリン酸溶液(1→50) 100mLを加えて溶かした液 5mLに液がわ

ずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→1,000) 1滴及びピロール1滴を加え、水浴中で50~60℃で5分間加温するとき、青~青緑色を呈する。
 (2) 本品の水溶液(1→100) 10 mLに過マンガン酸カリウム溶液(1→300) 1 mLを加えた液は、紅赤色を呈し、その色は直ちに消える。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -16.2 \sim -18.2^\circ$ (乾燥後, 1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10 mL)

融点 166~172℃ (分解)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -16.2 \sim -18.2^\circ$ (乾燥後, 1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10 mL)~~

~~(2) 融点 166~172℃ (分解)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20 µg/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(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, フレーム方式)

~~(4)(2) ヒ素 As_2O_3 として4.0 3 µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.40%以下 (減圧, 3時間)

強熱残量分 0.30%以下

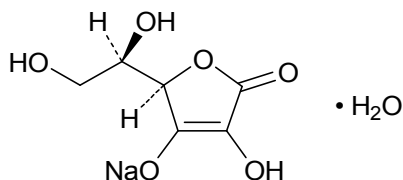
定量法 本品を乾燥し、その約0.4 gを精密に量り、メタリン酸溶液(1→50)を加えて溶かして正確に100 mLとし、この液50 mLを正確に量り、0.05 mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1 mL)。

0.05 mol/Lヨウ素溶液 1 mL = 8.806 mg $C_6H_8O_6$

エリソルビン酸ナトリウム

Sodium Erythorbate

イソアスコルビン酸ナトリウム



$C_6H_7NaO_6 \cdot H_2O$

分子量 216.12

Monosodium (2R)-2-[(1R)-1,2-dihydroxyethyl]-4-hydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-3-olate monohydrate ~~[6381-77-7, 無水物]~~ [63524-04-9]

含量 本品を乾燥したものは、エリソルビン酸ナトリウム ($C_6H_7NaO_6 \cdot H_2O$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の結晶性の粉末, 粒又は細粒で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 (1) 「エリソルビン酸」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95.5 \sim +98.0^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 10 mL)

pH 6.0~8.0 (1.0 g, 水 20 mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95.5 \sim +98.0^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 10 mL)~~

~~(2)(1) 溶状~~ (1) 溶状 本品 1.0 gを量り、水 10 mLを加えて溶かした液は、澄明で、液の色は、比色標準

液Jより濃くない。

~~(3) 液性 pH6.0～8.0 (1.0g, 水20ml)~~

~~(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)~~

(2) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)

~~(5)~~(3) ヒ素 As₂O₃として4.03μg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0ml, 装置B)

乾燥減量 0.25%以下 (減圧, 24時間)

定量法 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, メタリン酸溶液 (1→50) を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する (指示薬 デンブンプン試液1mL)。

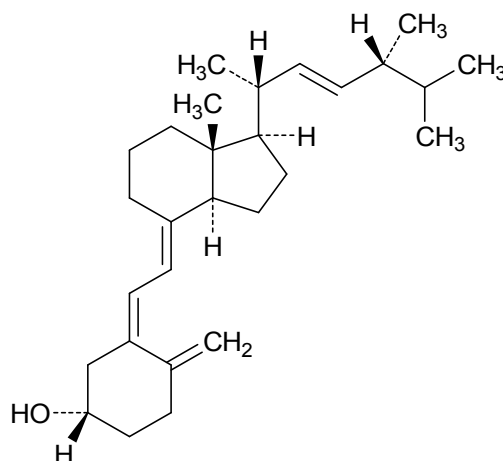
0.05mol/Lヨウ素溶液1mL=10.81mg C₆H₇NaO₆·H₂O

エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

ビタミンD₂

カルシフェロール



C₂₈H₄₄O

分子量 396.65

(3S, 5Z, 7E, 22E)-9, 10-Secoergosta-5, 7, 10(19), 22-tetraen-3-ol [50-14-6]

性状 本品は, 白色の結晶で, においが無い。

確認試験 (1) 本品0.5mgにトルエン5mLを加えて溶かし, 無水酢酸0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき, 液は, 赤色を呈し, 直ちに紫色, 青色を経て緑色に変わる。

(2) 本品0.05g50mgに無水ピリジンピリジン(無水)1mLを加えて溶かし, あらかじめ3, 5-ジニトロ塩化ベンズイル0.05g50mgを無水ピリジンピリジン(無水)1mLに溶かした液を加え, 還流冷却器を付け, 水浴上で10分間加熱した後, 室温まで冷却する。この液を分液漏斗に移し, 塩酸(1→10)15mL及びジエチルエーテル30mLを加えて振り混ぜ, 抽出する。ジエチルエーテル抽出液を塩酸(1→10)15mLずつで3回洗った後, 水30mLで洗い, 無水硫酸ナトリウム5gを加えて20分間放置した後, 脱脂綿を用いてろ過し, 少量のジエチルエーテルで洗い, ろ液及び洗液を合わせ, ジエチルエーテルを減圧留去する。残留物をアセトンから2回再結晶し,

デシケーター（減圧）で2時間乾燥するとき、その融点は、147～149℃である。

比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265nm) = 445～485

本品約 0.1 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かして正確に 200mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +102.0 \sim +107.0^\circ$ (0.3 g, エタノール (95), 20mL)

融点 115～118℃

~~純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265nm) = 445～485~~

~~本品約 0.1 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。~~

~~(2) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +102.0 \sim +107.0^\circ$ (0.3 g, エタノール, 20mL)~~

~~(3) 融点 115～118℃~~

~~(4) エルゴステロール 本品 ~~0.010g~~ 10mg を量り、90vol%エタノール 2 mL を加えて溶かし、あらかじめジギトニン ~~0.020g~~ 20mg を量り、90vol%エタノール 2 mL を加えて溶かした液を加えて 18 時間放置するとき、沈殿を生じない。~~

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換し、冷所に保存する。

塩化アンモニウム

Ammonium Chloride

NH₄Cl

分子量 53.49

Ammonium chloride [12125-02-9]

含量 本品を乾燥したものは、塩化アンモニウム (NH₄Cl) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は結晶塊で、塩味及び清涼味がある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (2.0 g, 水 20 mL)

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

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3μg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 2.0%以下 (4時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 10 mL を加え、あらかじめ 0.1mol/L 硫酸 40 mL を正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に直ちに連結し、加熱してアンモニアを硫酸中に留出させる。受器中の過量の硫酸を 0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド試液 3 滴)。

0.1mol/L 硫酸 1 mL = 10.70mg NH₄Cl

塩化カリウム

Potassium Chloride

KC 1

分子量 74.55

Potassium chloride [7447-40-7]

含 量 本品を乾燥したものは、塩化カリウム (KC 1) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の粉末で、においがなく、塩味がある。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 5.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液は、**紅赤色**を呈さない。更に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.30 mL を加えるとき、液は、**紅赤色**を呈する。

(2) 臭化物 Br として 0.13% 以下 本品 0.75 g を **正確に**量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 5 mL を量り、~~希フェノールレッド試液~~**フェノールレッド試液 (pH4.7)** 2 mL 及び~~タロラミン F~~**p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10,000)** 1 mL を加え、直ちに混和し、2 分間放置後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15 mL を加えて混和した後、水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110°C で 4 時間乾燥した後、その 2.979 g を **正確に**量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とし、更に、この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、**フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え**、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 590 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(3) ヨウ化物 本品 5 g を量り、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 0.15 mL、~~希硫酸~~**10% 硫酸試液** 1 mL、デンプン試液 25 mL 及び水 25 mL を用時混合したものを ~~滴下~~**滴加**して湿らせる。5 分後、自然光下で観察するとき、青色を呈さない。

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

(5) カルシウム又はマグネシウム 本品 0.20 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 2 mL、~~シュウ酸アンモニウム~~**シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→30) 2 mL** 及び~~リン酸三ナトリウム~~**リン酸水素二ナトリウム・12 水溶液 (1→8) 2 mL** を加え、5 分間放置するとき、液は、混濁しない。

(6) ナトリウム 本品 0.20 g を量り、水 100 mL を加えて溶かし、炎色反応の試験を行うとき、持続する黄色を呈さない。

(7) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~**3** µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, **標準色** **ヒ素標準液 3.0 mL**, 装置 B)

乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀溶液 50 mL を正確に量って振り混ぜながら加え、更に振り混ぜながら硝酸 3 mL 及びニトロベンゼン 5 mL を加えた後、激しく振り混ぜる。次に**硫酸第二鉄アンモニウム試液** **硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液** 2 mL を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 7.455mg KC1

塩化カルシウム

Calcium Chloride

CaCl ₂ · nH ₂ O (n = 2, 1, 1/2, 1/3 又は 0)	分子量	2水和物	147.01
Calcium chloride dihydrate [10035-04-8]		無水物	110.98
Calcium chloride monohydrate			
Calcium chloride hemihydrate			
Calcium chloride 1/3 hydrate			
Calcium chloride [10043-52-4]			

含量 本品は、塩化カルシウム (CaCl₂) 70.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶、粉末、片、粒又は塊で、においが無い。

確認試験 本品は、カルシウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁 (1.0g, 水 20 mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 1.0g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、この液について次の試験を行う。

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

(ii) 液が**紅赤**色ならば、その色は、0.02mol/L 塩酸 2.0 mL を加えるとき消える。

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 5.0%以下

本品 1.0g を量り、水 50 mL を加えて溶かし、塩化アンモニウム 0.50g を混和し、1分間煮沸する。~~シウ酸~~ シウ酸二水和物 溶液 (3→50) 40 mL を速やかに加え、激しくかき混ぜて沈殿を生じさせ、直ちにメチルレッド試液 2 滴及びアンモニア試液を滴加して **微アルカリ性** と **中和** した後、冷却する。この液を 100 mL のメスシリンダーに移し、水を加えて 100 mL とし、4時間～1夜放置し、上澄液を乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加え、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

定量法 本品約 1.5g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL 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-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 5.549mg CaCl₂

塩化第二鉄

Ferric Chloride

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 ~~270.29~~270.30

Iron(III) chloride hexahydrate [10025-77-1]

含量 本品は、塩化第二鉄 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 98.5~102.0%を含む。

性状 本品は、潮解性の黄褐色の結晶又は塊である。

確認試験 本品は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→100) 10 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。

(2) 遊離酸 本品 2.0 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア水 (28) で湿したガラス棒を近づけると、発煙しない。

(3) 硝酸塩 本品 5.0 g を量り、水 25 mL を加えて溶かし、煮沸した後、アンモニア水 (28) 25 mL に加える。冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過し、試料液とする。試料液 5.0 mL を量り、水 5 mL、インジゴカルミン試液 0.1 mL 及び硫酸 10 mL を加えるとき、液は、5 分間以上持続する青色を呈する。

(4) 硫酸塩 SO_4 として 0.019% 以下

(3) の試料液 20 mL を量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 3 mL を加え、水浴中で蒸発乾固し、更に白煙の発生がやむまで小火炎で加熱する。冷後、水 10 mL 及び塩酸 (1→4) 3 mL を加え、水浴中で蒸発乾固した後、塩酸 (1→4) 0.3 mL 及び水を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸 (1→2) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次に水層をジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更に 20 mL で 1 回洗い、洗液を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴中で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1→2) を滴加した後、酢酸 (1→20) 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(6) 亜鉛 Zn として 30 µg/g 以下

(3) の試料液 20 mL を量り、ネスラー管に入れ、塩酸で中和した後、水を加えて 30 mL とする。これに塩酸 (1→4) 3 mL 及び新たに調製したフェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水合物溶液 (1→10) 0.2 mL を加えて検液とし、15 分間放置するとき、検液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液の調製は、亜鉛標準液 3.0 mL を量り、ネスラー管に

入れ、水を加えて 30~~mL~~とし、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

(7) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、に 水 20~~mL~~ を加えて溶かした後、L ~~アスコルビン酸~~ L (+) -アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし、検液とする。ただし、アンモニア水で中和する操作は行わない。標準色は、ヒ素標準液 ~~2.0mL~~ に 水 20~~mL~~ を加え、更に L ~~アスコルビン酸~~ L (+) -アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(8) 遊離塩素 本品 2.0 g を量り、水 5 ~~mL~~ を加えて溶かした液を加熱し、ヨウ化亜鉛・デンプン試液に浸したろ紙を近づけると、青色を呈さない。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水約 50~~mL~~ を加えて溶かし、塩酸 3 ~~mL~~ 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、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 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 27.03mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

塩化マグネシウム

Magnesium Chloride

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 203.30

Magnesium chloride hexahydrate [7791-18-6]

含量 本品は、塩化マグネシウム ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 95.0~103.0%以上を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶、粉末、片、粒又は塊である。

確認試験 本品は、マグネシウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 微濁 (1.0 g, 水 10~~mL~~)

~~(2) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 亜鉛 Zn として 70 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品 4.0 g を量り、水を加えて溶かし、40~~mL~~ とし、試料液とする。試料液 30~~mL~~ を量り、酢酸 5 滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 ~~mL~~ を加えて振り混ぜ、10 分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14~~mL~~ を量り、試料液 10~~mL~~ 及び水を加えて 30~~mL~~ とし、酢酸 5 滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 ~~mL~~ を加えて振り混ぜ、10 分間放置した液の濁度以下である。

~~(4) カルシウム 本品 0.50 g を量り、水を加えて溶かして 50~~mL~~ とし、この液 5~~mL~~ を量り、シュウ酸アンモニウム溶液 (1→25) 1~~mL~~ を加えて 5 分間放置した液は、わずかに微濁である。~~

カルシウム 0.5% 以下

定量法の A 液 50mL を正確に量り、L (+) -酒石酸溶液 (1→5) 0.6mL を加え、更に 2, 2

、2-ニトリロトリエタノール溶液（3→10）10mL、水酸化カリウム溶液（1→10）10mL を加え、5分間放置した後、マイクロビューレットを用いて 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 NN指示薬 0.1g）。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときのとする。次式によりカルシウムの量を求める。

カルシウム (Ca) の含量 (%) =

0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL) × 0.08016

試料の採取量 (g)

(5) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)
定量法 本品約 0.3g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 100mL とし、A液とする。~~この~~
A液 20mL を正確に量り、水 50mL 及び ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモ
ニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.01mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリ
ウム溶液 で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴)。終点は、液の赤色が青色に変わ
るときとする。次式により含量を求める。

塩化マグネシウム ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) の含量 (%)

0.01mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 の消費量 (mL)

× 1.017

= ————— ~~(%)~~

試料の採取量 (g)

塩酸

Hydrochloric Acid

Hydrochloric acid [7647-01-0]

含 量 本品は、表示量の 90~120% の塩化水素 ($HCl=36.46$) を含む。

性 状 本品は、無~淡黄色の液体で、刺激性のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) は、強酸性である。

(2) 本品は、塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 0.48w/v % 以下

本品 1.0mL を量り、水を加えて 100mL とする。この液 5.0mL を量り、水 20mL を加え、アンモニア試液を加えて中和し、試料液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50mL を用いる。

~~(2) 重金属 Pb として 10 $\mu\text{g/ml}$ 以下~~

~~本品 2.0mL を量り、水 20mL を加え、アンモニア試液を加えて中和する。更に酢酸 (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 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 1 $\mu\text{g/ml}$ 以下 (4.0mL, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品を正確に量り、蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝

酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、比較液とする。

(3) 鉄 Fe として 30 μ g/~~1~~mL 以下 (1.0~~1~~mL, 第 1 法, 比較液 鉄標準液 3.0~~1~~mL)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~2.0~~1.5 μ g/~~1~~mL 以下 (1.0~~1~~mL, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

強熱残分 0.02% 以下 (100 g)

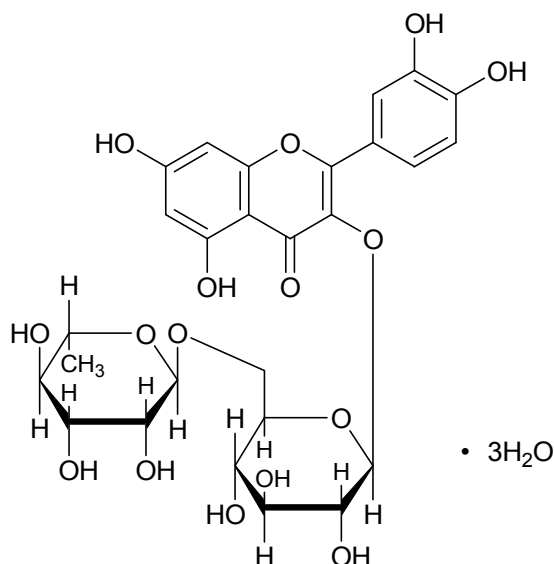
定量法 あらかじめ共栓フラスコに水 20~~1~~mL を入れて質量を精密に量り、これに本品約 3 ~~1~~mL を加えて再び質量を精密に量る。次に水 25~~1~~mL を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 3～5 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~1~~mL = 36.46mg HCl

エンジュ抽出物

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract



C₂₇H₃₀O₁₆ · 3 H₂O

分子量 664.56

5,7-Dihydroxy-2-(3,4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yl

α -L-rhamnopyranosyl-(1→6)- β -D-glucopyranoside trihydrate [153-18-4, ルチン無水物]

定義 本品は、ルチン (抽出物) のうちエンジュ (*Sophora japonica* Linné *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ又は花より、水、エタノール又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分はルチンである。

含量 本品を乾燥したものは、ルチン (C₂₇H₃₀O₁₆ = 610.52) 95.0～105.0% を含む。

性状 本品は淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末で、においが無いか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 ~~0.02g~~20mg をエタノール (95) 10~~1~~mL に溶かした液は、黄色を呈し、~~塩化鉄(III)~~塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→50) 1～2 滴を加えるとき、液は、帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 ~~0.02g~~20mg をエタノール (95) 5 ~~1~~mL に加温して溶かした液は、黄色を呈し、塩酸 2 ~~1~~mL 及び ~~マグネシウム末~~マグネシウム粉末 ~~0.05g~~50mg を加えるとき、液は、徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 ~~0.01g~~ 10mg をエタノール (95) ~~100mL~~ に溶かした液は、波長 257nm 付近及び 361nm 付近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)~~

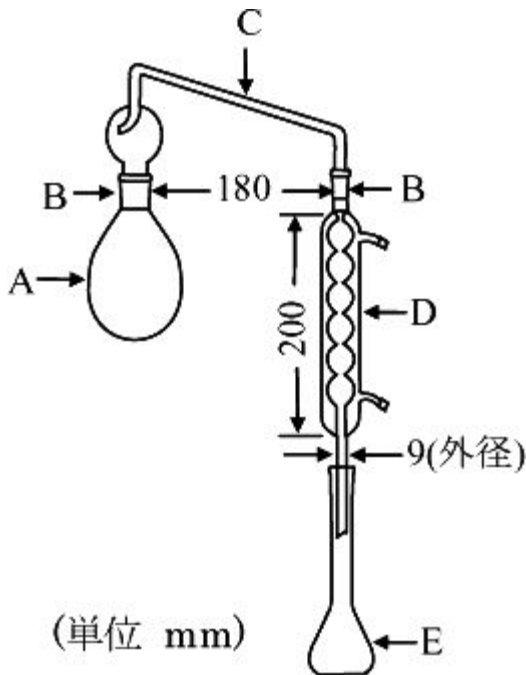
~~(2) (1)~~ 鉛 Pbとして ~~5.0~~ 2 µg/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4) (3)~~ メタノール 0.015%以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (200 ~~mL~~ mL)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (50 ~~mL~~ mL)

(ii) 操作法

本品約 5 g 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 100 ~~mL~~ mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準溶液 2 ~~mL~~ mL 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。1 分間に 2 ~ 3 ~~mL~~ mL の留出速度で、留分が約 45 ~~mL~~ mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL 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~~ 2-メチル-2-プロパノール溶液 (1 → 1,000) とする。別にメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、この液 5 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とする。この液 3 ~~mL~~ mL 及び内標準溶液 2 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 ~~µL~~ µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール 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。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15 \text{ (\%)} -$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 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 9.0%以下 (135 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)

強熱残分 0.30%以下 (550 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)

定量法 本品及び定量用ルチンを 135 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し, それぞれ約 ~~0.05g~~ 50mg ずつを精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 50 ~~mL~~ mL とする。それぞれの液 5 ~~mL~~ 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 50 ~~mL~~ mL とし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 ~~μL~~ μL ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のルチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式により含量を求める。

$$\text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} -$$

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 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

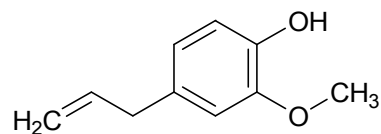
カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$

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。

オイゲノール

Eugenol



C₁₀H₁₂O₂

分子量 164.20

4-Allyl-2-methoxyphenol [97-53-0]

含量 本品は、オイゲノール (C₁₀H₁₂O₂) 98.0~~vol~~%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄褐色の透明澄明な液体で、クローブようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.540\sim1.542$

比重 $d_{25}^{25}=1.062\sim1.068$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.539\sim1.542$~~

~~(2) 比重 1.065～1.071~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

定量法 香料試験法中のフェノール類含量により定量する。~~ただし、30分間放置する代わりに30分間水浴中で加熱した後、室温まで放冷する。~~

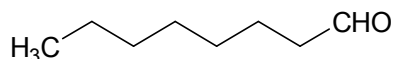
香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

オクタナール

Octanal

オクチルアルデヒド

カプリルアルデヒド



C₈H₁₆O

分子量 128.21

Octanal [124-13-0]

含量 本品は、オクタナール (C₈H₁₆O) 92.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.417\sim1.425$

比重 $d_{25}^{25}=0.810\sim0.830$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.417\sim1.425$~~

~~(2) 比重 0.821～0.833~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)~~

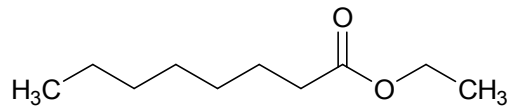
定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第1法により定量する。~~ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=64.11mg C₈H₁₆O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

オクタン酸エチル

Ethyl Octanoate
カプリル酸エチル



$C_{10}H_{20}O_2$

分子量 172.26

Ethyl octanoate [106-32-1]

含量 本品は、オクタン酸エチル ($C_{10}H_{20}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、ブランデーよう
のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.417\sim 1.419$

比重 $d_{25}^{25}=0.863\sim 0.866$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.417\sim 1.419$~~

~~(2) 比重 $0.867\sim 0.871$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール8.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=86.13mg $C_{10}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

オクテニルコハク酸デンプンナトリウム

Starch Sodium Octenyl Succinate

定義 本品は、デンプンを無水オクテニルコハク酸オクテニルコハク酸無水物でエステル化して
得られたものである。

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 残存オクテニルコハク酸 0.8%以下

本品約0.1gを精密に量り、メタノール20mLを加え、18時間以上振とうする。毎分約3000
回転で5分間遠心分離し、上澄液10mLを正確に量り、減圧下、40℃で乾固し、水を加えて溶か
し、正確に5mLとし、検液とする。別に、無水オクテニルコハク酸オクテニルコハク酸無水物
約~~0.02g~~20mgを精密に量り、水酸化カリウム溶液(7→1250)10mLを加え、80℃で3時間加
熱する。冷後、リン酸(1→200)8mLを加え、更に水を加えて正確に20mLとする。この液
2mLを正確に量り、水を加えて20mLとする。この液1mL, 2mL, 5mL及び10mL
を正確に量り、水を加えて正確に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。標準液のオクテニルコハク酸の二つ

のピークの面積を測定し、ピークの合計面積と標準液に含まれる無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物濃度から、無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物の検量線を作成する。検液のオクタデシルコハク酸の二つのピークの合計面積を求め、検量線を用いて検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物としての濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。次式により試料中の残存オクタデシルコハク酸の含量を求める。

$$\frac{\text{検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \quad (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 205nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 リン酸 (1 \rightarrow 1,000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約9分になるように調整する。

(2) オクタデシルコハク酸基 3.0%以下

本品約 0.02g (20mg) を精密に量り、水酸化カリウム溶液 (7 \rightarrow 1,250) 10 mL を加えて溶かし、密栓して 80°C で3時間加熱する。冷後、リン酸 (1 \rightarrow 200) 8 mL を加えて、更に水を加えて正確に 20 mL とし、検液とする。純度試験(1)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のオクタデシルコハク酸の二つのピークの面積を測定し、その和から、純度試験(1)の検量線を用いて検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物としての濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) を求める。次式により試料中の総オクタデシルコハク酸の含量 (%) を求め、更に試料中のオクタデシルコハク酸基の含量 (%) を求める。

$$\frac{\text{総オクタデシルコハク酸 } (\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_4) \text{ の含量 } (\%) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 500} \quad (\%)$$

$$\text{オクタデシルコハク酸基の含量 } (\%) = \text{総オクタデシルコハク酸の含量} - \text{残存オクタデシルコハク酸の含量 } (\%)$$

(3) 鉛 Pb として 2.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (5.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5) 二酸化硫黄 50 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

γ -オリザノール (新規)

γ -Oryzanol

定 義 本品は、米ぬか又は胚芽油から得られた、ステロールとフェルラ酸及びトリテルペンアルコールとフェルラ酸の各エステルを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、フェルラ酸エステルとして96.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品10mgに3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加え、加温して溶かすとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品10mgを酢酸エチル2mLに溶かし、硫酸0.2mLを加えて振り混ぜるとき、液は黄～だいたい色を呈する。この液に無水酢酸1mLを加えるとき、液は、赤紫色から紫色を経て、徐々に緑色に変わる。

(3) 本品のヘプタン溶液(1→100000)は、波長229～233nm, 289～293nm及び313～317nmに極大吸収部がある。

(4) 本品60mgに酢酸エチルを加えて溶かし10mLとした液を検液とする。別にフェルラ酸シクロアルテニル15mgを量り、酢酸エチルを加えて溶かし50mLとした液を対照液とする。検液及び対照液5 μ Lにつき、ヘキサン/酢酸エチル/酢酸混液(70:30:1)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10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。硫酸・エタノール(95)溶液(1→10)を噴霧し、110°Cで10分間加熱するとき、検液は、対照液のフェルラ酸シクロアルテニルと同位置に主スポットを認める。ただし、薄層板は、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

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

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

(3) 類縁物質 確認試験(4)において、検液及び対照液につき、薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液は、対照液のフェルラ酸シクロアルテニルと同位置以外にスポットを認めないか、又は他のスポットを認めても対照液のフェルラ酸シクロアルテニルのスポットより濃くない。

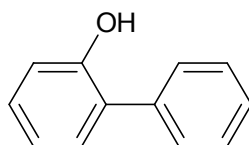
乾燥減量 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)

強熱残分 0.1%以下(1g, 600°C, 3時間)

定 量 法 本品約20mgを精密に量り、200mLの三角フラスコに入れ、ヘプタン約170mLを加えた後、三角フラスコの口を覆い、時々かくはんしながら70～80°Cの水浴中で30分間加温する。その後、20分間超音波処理を行って溶かし、20～30°Cに冷却した後、ヘプタンを加えて正確に200mLとする。続いてこの液10mLを正確に量り、ヘプタンを加えて正確に100mLとし、検液とする。検液につき、ヘプタンを対照として、波長315nm付近の吸収極大波長における吸光度Aを測定し、次式によりフェルラ酸エステルの含量を求める。ただし、吸光度の測定は、検液調製後15分以内に行う。

$$\text{フェルラ酸エステルの含量 (\%)} = \frac{A \times 20 \times 1000}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)} \times 359} \times 100$$

オルトフェニルフェノール
o-Phenylphenol



C₁₂H₁₀O

分子量 170.21

2-Phenylphenol [90-43-7]

含 量 本品は、オルトフェニルフェノール (C₁₂H₁₀O) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色、淡黄色又は淡紅赤色の粉末、薄片又は塊で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 1 mL に ~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物 溶液 (1→500) 4 mL 及び 2, 6-ジクロロキノクロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液は、青～青紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 1 mL に ~~ホルマリン~~ ホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 mL を層積するとき、接界面は、紅赤色を呈する。

融 点 57～59℃

純度試験 ~~(1) 融点 57～59℃~~

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

(1) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 パラフェニルフェノール p-フェニルフェノール として 0.1% 以下~~

本品 1.0 g を量り、エタノール (95) 5 mL 及び ~~カフェイン~~ カフェイン・水和物・エタノール (95) 溶液 (1→1,000) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。別に ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール・エタノール (95) 溶液 (1→5,000) 5 mL を量り、~~カフェイン~~ カフェイン・水和物・エタノール (95) 溶液 (1→1,000) 5 mL を加えて比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール のピーク面積及び ~~オルトフェニルフェノール~~ o-フェニルフェノール のピーク位置とカフェインのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和 (A) とカフェインのピーク面積 (A_s) との比 A/A_s は、比較液の ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール のピーク面積 (A') とカフェインのピーク面積 (A'_s) との比 A'/A'_s を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充 ~~てん~~ 填剤

液相 担体に対して 3% のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 1 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～250℃ の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約 12 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.05% 以下 (5 g)

定 量 法 本品の粉末約 2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 25 mL を加え、必要が

あれば加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 500~~mL~~とし、検液とする。検液 25~~mL~~を正確に量り、ヨウ素~~ビンフラスコ~~に入れ、臭素酸カリウム溶液（1→350）30~~mL~~を正確に量って加え、更に臭化カリウム溶液（2→25）5~~mL~~及びメタノール 50~~mL~~を加えてよく振り混ぜる。次に塩酸（1→2）約 10~~mL~~を速やかに加え、直ちに栓をして軽く振り混ぜ、30 秒間反応させる。ヨウ素~~ビンフラスコ~~の上部にヨウ化カリウム試液 15~~mL~~を入れ、栓をゆるめて流し込み、栓及びフラスコの口を水でよく洗った後、よく振り混ぜて 5 分間放置する。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 4~~mL~~）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

オルトフェニルフェノール（C₁₂H₁₀O）の含量（%）

$$4.255 \times (a - b) \\ = \frac{\quad}{\quad} \times 100 \text{ ~~(%)~~}$$

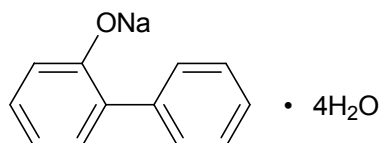
試料の採取量（g）× 5

ただし、a：空試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（~~mL~~）

b：本試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（~~mL~~）

オルトフェニルフェノールナトリウム

Sodium *o*-Phenylphenate



C₁₂H₉NaO · 4 H₂O

分子量 264.25

Monosodium 2-phenylphenolate tetrahydrate [132-27-4, 無水物]

含 量 本品を無水物換算したものは、オルトフェニルフェノールナトリウム（C₁₂H₉NaO = 192.19）95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又は淡~~紅赤~~～~~紅赤~~色の粉末、薄片又は塊で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 「オルトフェニルフェノール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 11.1～12.2 (1.0 g, 水 50mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH11.1～12.2 (1.0 g, 水 50ml)~~

~~(2)~~ (1) オルトフェニルフェノール 本品 1.0 g を量り、水 50~~mL~~を加えて溶かし、弱酸性になるまで塩酸（1→4）を加えた後、1 時間放置する。生じた沈殿をろ取し、少量の水で洗い、デシケーター（硫酸）で 24 時間乾燥するとき、その融点は、55～58℃である。

~~(2)~~ (2) 水酸化ナトリウム 1.0%以下

本品の粉末約 5 g を精密に量り、50vol%エタノール 50~~mL~~を加えて溶かし、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 プロモフェノールブルー試液 1~~mL~~），次式により含量を求める。

水酸化ナトリウム（NaOH）の含量（%）

$$1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (} \text{~~mL~~ \text{)} - (\text{試料の採取量 (g)}) \quad 0.04$$

$$= \frac{\quad}{0.264} \times \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{(\%)}$$

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

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下(2.5g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置B)~~

本品の粉末 ~~5.0~~2.5 gを量り, ~~分解フラスコ~~ニッケルダールフラスコに入れ, 硝酸 ~~20mL~~20mLを加え, 内容物が流動状となるまで弱く加熱する。冷後, 硫酸 ~~5mL~~5mLを加えて白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈するときは, 冷後, 硝酸 ~~5mL~~5mLを加えて加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返す。冷後, ~~シュウ酸アンモニウム~~シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25) ~~15mL~~15mLを加え, 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水を加えて ~~25mL~~25mLとし, この液 ~~5mL~~5mLを量り, 検液とする。~~装置Bを用いる。標準色は、別に、~~ヒ素標準液 ~~10mL~~10mLを~~分解フラスコ~~ニッケルダールフラスコに入れ, 硝酸 ~~20mL~~20mL及び硫酸 ~~5mL~~5mLを加えて白煙が発生するまで加熱する。冷後, シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25) ~~15mL~~15mLを加え, 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水を加えて ~~25mL~~25mLとし, この液 ~~5mL~~5mLを量り, 以下検液の場合と同様に操作し, ~~標準色として調製する。~~

~~(6)(5) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 オルトフェニルフェノール~~o-フェニルフェノールに対し, ~~パラフェニルフェノール~~p-フェニルフェノールとして0.1%以下

本品2.0gを量り, 水 ~~100mL~~100mLを加えて溶かし, 弱酸性になるまで塩酸(1→4)を加えた後, 1時間放置する。生じた沈殿をろ取し, 少量の水で洗い, デシケーター(硫酸)で24時間乾燥する。この1.0gを量り, エタノール ~~(95)~~(95) ~~5mL~~5mL及び~~カフェイン~~カフェイン一水和物・エタノール ~~(95)~~(95) 溶液(1→1,000) ~~5mL~~5mLを加えて溶かし, これを検液とし, 以下「オルトフェニルフェノール」の純度試験 ~~(9)(2)~~(2)を準用する。

水分 25.0～28.0% (0.1g, 容量滴定法, 直接滴定) ただし, 水分測定用メタノール ~~25mL~~25mLの代わりに水分測定用メタノール ~~20mL~~20mL及び酢酸 ~~10mL~~10mLを用いる。

定量法 本品の粉末約3gを精密に量り, 水酸化ナトリウム溶液(1→25)数滴及び水を加えて溶かし, 正確に ~~500mL~~500mLとする。これを検液とし, 以下「オルトフェニルフェノール」の定量法を準用する。

o-フェニルフェノールナトリウム~~オルトフェニルフェノールナトリウム~~ (C₁₂H₉NaO) の含量 (%)

$$4.805 \times (a - b)$$

$$= \frac{\quad}{\quad} \times 100 \text{(\%)}$$

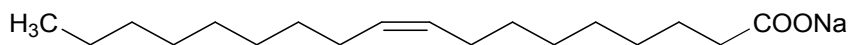
無水物換算した試料の採取量 (g) × 50

ただし, a : 空試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~mL)

b : 本試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~mL)

オレイン酸ナトリウム

Sodium Oleate



C₁₈H₃₃NaO₂

分子量 304.44

Monosodium(9Z)-octadec-9-enoate [143-19-1]

性 状 本品は、白～帯黄色の粉末又は淡褐色の粒若しくは塊で、特異なおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液~~(2→50)~~ (2→25) 50~~mL~~mLにかき混ぜながら硫酸(1→20) 5~~mL~~mLを加え、あらかじめ水で潤したろ紙を用いてろ過する。残留物を、洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を示さなくなるまで水洗する。油状の残留物を乾燥ろ紙を用いてろ過し、その油液2～3滴を小試験管にとり、硫酸約1~~mL~~mLを層積するとき、その接界面に褐赤帯を生じる。また油液1～3滴をとり、酢酸(1→4) 3～4~~mL~~mLを加えて溶かし、これに~~三酸化クロム~~酸化クロム(VI)・酢酸溶液(1→10) 1滴を加え、更に振り混ぜながら硫酸10～30滴を加えるとき、暗紫色を呈する。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明(0.50g, 水20~~mL~~mL)

(2) 遊離アルカリ 0.5%以下

本品を粉末とし、その約5gを精密に量り、中和エタノールエタノール(中和)100~~mL~~mLを加え、加熱して溶かす。不溶物を熱時ろ過し、約40℃の中和エタノールエタノール(中和)で洗液が無色となるまで洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、この液を0.05mol/L硫酸で滴定し、その消費量を~~a~~mLとする。更に先の残留物を熱湯10~~mL~~mLずつで5回洗い、全洗液を合わせ、冷後、プロモフェノールブルー試液3滴を加え、0.05mol/L硫酸で滴定し、その消費量を~~b~~mLとする。次式によって遊離アルカリの量を求める。

遊離アルカリの含量(%) = ((0.0040 × a + 0.0053 × b) / 試料の採取量(g)) × 100~~(%)~~

~~(3) 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)~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃として~~4.0~~3μg/g以下(5.0g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置B)

本品~~5.0gを量り、~~に熱湯30~~mL~~mLを加え、よくかき混ぜて溶かす。これに硫酸(1→20) 6~~mL~~mLを滴加し、析出する脂肪酸をジエチルエーテルで抽出して除き、水を加えて50~~mL~~mLとする。この液5~~mL~~mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。ただし、標準色は、別に、ヒ素標準液に10.0mLを量り、~~水30~~mL~~mL及び硫酸(1→20) 6~~mL~~mLを加え、水を加えて50~~mL~~mLとする。この液10.0~~mL~~mLを量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。

強熱残分 22.0～25.0%

貝殻焼成カルシウム

Calcinated Shell Calcium

定 義 本品は、焼成カルシウムのうち、貝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91.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～灰白色の塊、粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品1gに水5~~mL~~mLを加え懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1gに水20~~mL~~mL及び酢酸(1→3) 10~~mL~~mL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100~~mL~~mL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、~~する。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熱湯でよく洗った後洗い，ろ紙と共に徐々に加熱して炭化した後，450℃～550℃で3時間強熱し，残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品 1.0 g に少量の水を加えて破碎し，水 50 mL とよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の塩酸（1→4）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 2.0 g を量り，塩酸（1→4）20 mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 40 mL を加えて溶かし，必要があればろ過し，酢酸（1→20）2 mL 及び水を加えて 50 mL とし，検液とする。比較液は，鉛標準液 2.0 mL を量り，酢酸（1→20）2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

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

本品に塩酸（1→4）20 mL を加えて，超音波処理した後，蒸発乾固する。残留物に水 20 mL を加え，試料液とする。ただし，第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）の量を 50 mL に変更する。指示薬としてプロモチモールブルー試液 1 mL を用い，アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 µg/g 以下（0.50 g，標準色 ヒ素標準液 3.0 mL，装置 B）

本品 ~~0.50 g を量り，~~塩酸（1→4）5 mL 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 1.5 g を精密に量り，塩酸（1→4）30 mL を加え，加熱して溶かす。冷後，水を加えて正確に 250 mL 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。

0.05 mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 2.804 mg CaO

カオリン

Kaolin

白陶土

定義 本品は，天然の含水ケイ酸アルミニウムを精製したものである。

性状 本品は，白～類白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.2 g に ~~無水~~炭酸ナトリウム及び ~~無水~~炭酸カリウムの等量混合物 1.5 g を混和し，白金製又はニッケル製のろつぼに入れ，完全に融解するまで加熱する。冷後，水 5 mL を加え，約 3分間放置した後，ろつぼの底を弱く加熱してはがれた融塊を水とともにビーカーに移し，泡が生じなくなるまで少量ずつ塩酸を加える。更にこの液に塩酸 10 mL を加え，水浴上で蒸発乾固する。これに水 200 mL を加えて煮沸し，ろ過する。ゲル状の残留物を白金皿に移し，フッ化水素酸 5 mL を加えるとき溶け，加熱するときほとんど蒸発する。

(2) (1)のろ液は，アルミニウム塩の反応を呈する。

(3) 本品 8 g に水 5 mL を加えてよく混和したものは，可塑性となる。

pH 6.0～8.0

本品 10.0 g を量り，水 100 mL を加え，蒸発する水を補いながら，水浴上で時々振り混ぜて 2時間加熱する。冷後，直径 47 mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 µm）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは，同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器

及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとし、検液とする。

純度試験 ~~(1) 液性 pH6.0～8.0~~

~~本品10.0gを量り、水100mLを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて2時間加熱する。冷後、直径47mmのメンブレンフィルター(孔径0.45μm)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとした液をA液とする。A液について測定する。~~

~~(2) (1)~~ 水可溶物 0.30%以下

~~(1)~~ pHのA液検液50mLを正確に量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) (2)~~ 硫酸可溶物 2.0%以下

本品1.0gを量り、硫酸(1→15)20mLを加え、15分間振り混ぜてろ過する。容器及びろ紙上の残留物を、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて20mLとする。この液10mLを量り、蒸発乾固し、更に恒量になるまで550℃で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(4)~~ 重金属 Pbとして10μg/g以下

~~本品4.0gを量り、水70mLを加え、塩酸10mL及び硝酸5mLを加え、水浴上で15分間振り混ぜながら加熱し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとする。この液50mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20)2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(3) 鉛 Pbとして5μg/g以下(0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(5) (4)~~ ヒ素 As₂O₃として4.03μg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に水2.5mL及び硫酸0.5mLを加え、ホットプレート上で白煙を生じるまで加熱する。冷後、水を加えて5mLとし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

~~(6) (5)~~ 異物 本品5gを量り、水300mLを加えてかき混ぜた後、30秒間放置する。微粒子を含んだ液の大部分を傾斜して捨て、器の底に残った部分を先を平らにしたガラス棒で圧するとき、砂石による音がしない。

強熱減量 15.0%以下(550℃, 恒量)

カカオ色素(新規)

Cacao Color

ココア色素

定義 本品は、カカオ(*Theobroma cacao* L.)の種子(カカオ豆)を発酵後、焙焼したものより、アルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。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($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)は50以上で、その表示量の90～120%を含む。

性 状 本品は、赤褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価50に換算して0.2 gに相当する量を量り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100mLに溶かした液は、褐色を呈する。

(2) 本品の表示量から、色価50に換算して0.4 gに相当する量を量り、水100mLに溶かし、この溶液 5 mLに塩酸 2～3滴を加えて放置するとき、褐～暗褐色の沈殿を認める。

(3) (2)の溶液 5 mLに塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 2～3滴を加えるとき、液の色は直ちに暗褐色に変わる。更に30分以上放置し、毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、暗褐色の沈殿を認める。

(4) 本品の表示量から、色価50に換算して0.4 gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 100mLに溶かす。この液 5 mLに塩酸 (9→1000) 10mLを加え、更に塩化亜鉛試液 (pH3.0) 0.1mLを加えてかくはん後、栓をして50℃で20分間加温する。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、黄褐～暗褐色の沈殿を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして 5 μ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(3) 水銀 Hgとして 1.0 μ g/g以下

本品 0.50 gを量り、硝酸 10mL, 硫酸 5 mL, 過塩素酸 2.5mLを加え、還流冷却器を付け、静かに加熱し、溶液が淡黄色になるまで分解する。放冷後、水を加えて正確に 100mLとし、検液とする。別に水銀標準液 5 mLを正確に量り、硫酸 (1→2) 10mLを加え、水を用いて正確に 100mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液に塩化スズ (II)・硫酸試液 5 mLを加え、次の操作条件で、還元気化法の原子吸光光度法による試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7nm

キャリアーガス 空気

(4) アセトン 30 μ g/g以下 (色価50に換算)

本品の表示量から、色価50に換算して1.00 gに相当する量を10mLのメスフラスコに入れ、水を加えて溶かす。内標準液 2 mLを正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて10mLとし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム (500mg) にメタノール 4 mL, 続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1 mLの試料液を注入し、流出液を 5 mLのメスフラスコに入れる。次に、カラムに水を注ぎ、流出液の総量が 5 mLになるまでカカオ色素が溶出ししないような速さで流し、得られた流出液を検液とする。別にアセトン0.15 gを量り、水を加えて正確に100mLとする。この液 1 mLを正確に量り、水を加えて100mLとする。更にこの液 2 mLを正確に量り、内標準液 2 mLを正確に加えた後、水を加えて正確に50mLとし、比較液とする。ただし、エタノール (99.5) 2.5 gを量り、水を加えて100mLとし、更にこの液 1 mLを量り、水を加えて100mLとし、内標準液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ Lずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のエタノールのピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比は、比較液のエタノールのピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径3~4 mm, 長さ2~3 mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 120°C付近の一定温度

注入口温度 200°C付近

キャリアーガス 窒素

流量 アセトンの保持時間が9~11分になるように調整する。

色価測定 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 (pH7.0)

測定波長 波長 500nm

加工ユーケマ藻類

Semirefined Carrageenan

Processed Eucheuma Algae

Processed Red Algae

定 義 本品は、カラギナン（イバラノリ属 (*Hypnea* 属)、キリンサイ属 (*Eucheuma* 属)、ギンナンソウ属 (*Iridaea* 属)、スギノリ属 (*Gigartina* 属) 又はツノマタ属 (*Chondrus* 属) の藻類の全藻から得られた、 ι -カラギナン、 κ -カラギナン及び λ -カラギナンを主成分とするものをいう。) の一つである。

性 状 本品は、白~淡褐色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 4 g を水 200 mL に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80°C に保ち、均一な粘稠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、粘稠な溶液又はゲルになる。
(2) 本品 0.1 g を水 20 mL に加え、塩酸 (1 \rightarrow 5) 5 mL を加えて 5 分間煮沸し、必要があれば沈殿を除き、この液に塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液 (3 \rightarrow 25) 3 mL を加えるとき、白濁又は白色の結晶性の沈殿を生じる。

純度試験—(1) 粘 度 5.0 $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 以上

乾燥物換算した本品 7.5 g を水 450 mL に加え、10~20 分間かくはんして分散させる。更に水を加えて内容物を 500 g とし、連続的にかくはんしながら水浴中で 80°C まで加熱する。水を加えて蒸発水分を補正した内容物の 75°C における粘度を、粘度測定法の第 2 法により求める。ただし、あらかじめ約 75°C まで加熱したローター 1 号及びアダプターを粘度計に装着し、所定の位置までローターを沈め、1 分間当たり 30 回転で測定を開始し、6 回転 (12 秒) 後の値を読み取る。粘度が低すぎるときには、低粘度用アダプターを用い、粘度が高すぎるときにはローター 2 号を用いる。

純度試験 (1) (2) カルシウム Ca として 1.5% 以下

本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、ろつぼに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500°C で約 5 時間加熱し灰化する。灰化物に水 10 mL 及び 1 mol/L 硝酸試液 (1 mol/L) 5 mL を加え、3 分間煮沸する。これをろ過し、水を用いて正確に 50 mL とする。この液 1 mL

を正確に量り、~~1mol/L~~硝酸試液(1mol/L) 1 mLを加え、水を用いて正確に100 mLとし、検液とする。別に炭酸カルシウムを180℃で1時間乾燥し、この2.497 gを正確に量り、塩酸(1→4) 20 mLを加えて溶かし、水を加えて正確に1,000 mLとする。この液の適量を正確に量り、~~1mol/L~~硝酸試液(1mol/L) 1 mLを加えて1 mL中にカルシウム(Ca=40.08) 1~3 µgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のカルシウム量を求める。

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

(3)(2) ナトリウム 1.0%以下

本品を乾燥し、その約1 gを精密に量り、ろつぼに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500℃で約5時間加熱し灰化する。灰化物に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L) 5 mLを加えて分散させ、3分間煮沸する。これを下に50 mLのメスフラスコを受器をおき、底にガラス繊維ガラスウールを入れた内径12mm、高さ70mmのクロマトグラフ管に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L)少量を用いて完全に洗いこむ。更に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L)を用いて液量が約45 mLとなるまで溶出する。次に水を加えて正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)を加えて正確に500 mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥し、この0.2542 gを正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)に溶かし、正確に1,000 mLとする。この液の適量を正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)を加えて1 mL中にナトリウム(Na=22.99) 1~3 µgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のナトリウム量を求める。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(4)(3) 硫酸基 15~40% (乾燥物換算)

本品約1 gを精密に量り、100 mLのケルダールフラスコに入れる。塩酸(1→10) 50 mLを加えて還流冷却管を付け、1時間煮沸する。10vol%過酸化水素溶液25 mLを加え、更に5時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し、ろ液を500 mLのビーカーに移し、煮沸しながら塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液(3→25) 10 mLを徐々に加える。水浴中で2時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、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温水で洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙とともに乾燥し、磁製のろつぼに入れ、内容物が白く灰化するまで焼いた後、硫酸バリウムとして秤量し、次式により硫酸基(SO₄)の含量を求め、乾燥物換算する。

硫酸バリウムの量(g) × 0.4116

硫酸基(SO₄)の含量(%) = $\frac{\text{硫酸バリウムの量(g)} \times 0.4116}{\text{乾燥物の量(g)}} \times 100$ (%)

試料の採取量 (g)

~~(5)~~(4) 酸不溶物 8～18%

本品約 2 g を精密に量り, 水 150 mL 及び硫酸 1.5 mL を入れた 300 mL のビーカーに加える。このビーカーを時計皿で ~~おおい~~覆い, 水浴中で 6 時間加熱する。時々ガラスかくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら水で洗い流し, 蒸発によって失われた水の量を補正する。あらかじめ 105°C で 3 時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約 0.5 g を精密に量り, 試料液に加えて十分かくはんする。あらかじめ 105°C で 3 時間乾燥したガラスろ過器 (1 G 3) の質量を測定した後, このガラスろ過器を用いて, 吸引ろ過し, 残留物を温水でガラスろ過器に洗い込む。残留物を集めたガラスろ過器を 105°C で 3 時間乾燥後, デシケーター中で放冷し, 総質量を量り, 次式により酸不溶物の含量を求める。

総質量 (g) - (クロマトグラフィー用ケイソウ土の質量 (g) + ガラスろ過器の質量 (g))

$$\text{酸不溶物の含量 (\%)} = \frac{\text{総質量 (g) - (クロマトグラフィー用ケイソウ土の質量 (g) + ガラスろ過器の質量 (g))}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

試料の採取量 (g)

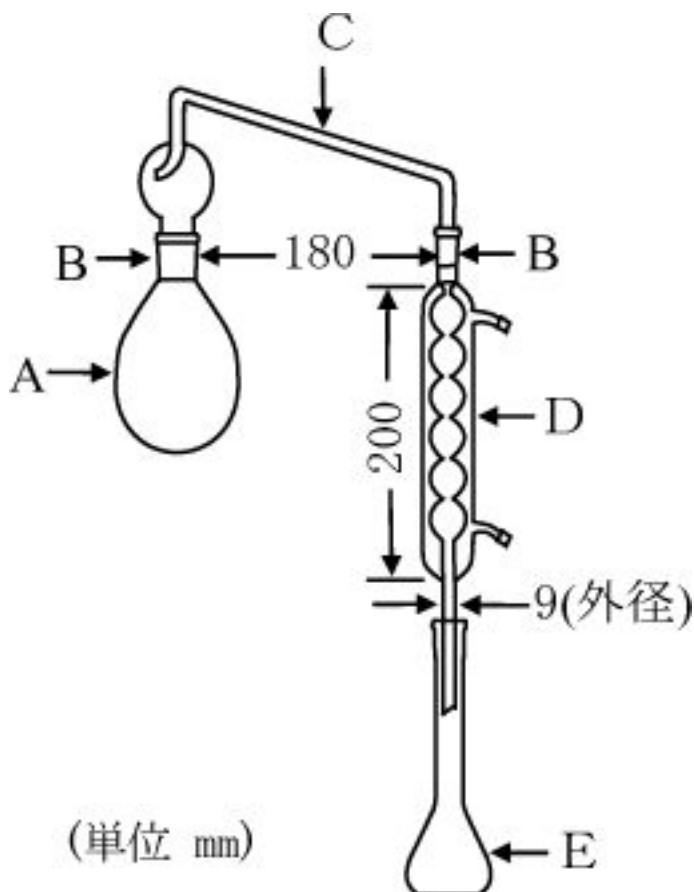
~~(6) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(7)~~(5) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (~~2.00~~ 0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(8)~~(6) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 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)

~~(9)~~(7) 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10% 以下

(i) 装置 概略は次の図による。



(単位 mm)

- A : ナス型フラスコ (300 mL)
- B : すり合わせ連結部
- C : しぶき止め付き蒸留管
- D : 冷却器
- E : メスフラスコ (100 mL)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 mL 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 ~ 3 mL の留出速度で、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール 溶液 (1 → 1,000) とする。別に 2-プロパノール及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準溶液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{S1} 、 Q_{S2} を求め、以下の式により、2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量} = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{---}} \times \frac{Q_{T1}}{\text{---}} \times 0.4 (\%)$$

試料の採取量 (g)

Q_{S1}

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 μ m 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分, 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 12.0% 以下 (105 $^{\circ}$ C, 4 時間)

灰分 15.0~35.0% (乾燥物換算)

酸不溶性灰分 2.0% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 細菌数は 10,000 以下, 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 10 g をリン酸緩衝液, 0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 10 g をリン酸緩衝液, 0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させ, この液 20mL をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合し, 35 \pm 1 $^{\circ}$ C で 48 \pm 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 25 g を乳糖ブイオン培地 475mL と混合して均一に分散させ, 35 \pm 1 $^{\circ}$ C で 24 \pm 2 時間培養したものを前培養液とする。

過酸化水素

Hydrogen Peroxide

Hydrogen peroxide [7722-84-1]

含量 本品は, 過酸化水素 ($H_2O_2=34.01$) 35.0~36.0% を含む。

性状 本品は, 無色澄明な液体で, においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 10) 1 mL に硫酸 (1 \rightarrow 20) 5 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液 (1 \rightarrow 300) 1 mL を加えるとき, 泡立ち, 液の色は, 消える。

(2) 本品は, 過酸化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 3 mL を正確に量り, 新たに煮沸し冷却した水 50 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加え, 0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定するとき, その消費量は, 1.0 mL 以下である。

(2) リン酸塩 PO_4 として 62.5 μ g/mL 以下

本品 8 mL を正確に量り、水 10 mL 及び塩酸 3 mL を加えて水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固する。残留物に温湯約 30 mL を加えて溶かし、冷後、更に水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、ネスラー管に入れ、検液とし、硫酸（1→6）4 mL 及びモリブデン酸アンモニウム七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1→20）1 mL を加えてよく振り混ぜ、3 分間放置する。更に 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、60℃の水浴中で 10 分間加温した後、流水で冷却するとき、検液の呈する青色は、比較液の呈する色より濃くない。比較液は、リン酸塩標準液 5.0 mL を量り、ネスラー管に入れ、検液の場合と同様に操作して調製する液を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/ml 以下~~

~~本品 2ml を正確に量り、水 10ml を加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で泡立ちがやむまで穏やかに加温した後、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 2.0ml を量り、酢酸（1→20）2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 4 µg/mL 以下（1.0 mL, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式）

本品に水 10 mL を加え、穏やかに加温した後、塩酸を約 1/4 容加えて蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、5 分間加温する。冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3 µg/mL 以下（0.50 mL, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B）

~~本品 0.5ml を正確に量り、に水を加えて 10 mL とし、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固した後、残留物に少量の水を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。~~

(5) 蒸発残留物 0.030% 以下

本品 10 mL を量り、水約 20 mL を加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固し、残留物を 105℃で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 250 mL とし、この液 25 mL を正確に量り、硫酸（1→20）10 mL を加え、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 1.701 mg H₂O₂

カゼイン

Casein

含量 本品を乾燥したものは、窒素（N=14.01）13.8～16.0%を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液（1→10）10 mL を加えて溶かし、酢酸（1→3）8 mL を加えるとき、白色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液（1→10）10 mL を加えて溶かし、硫酸銅（II）五水和物溶液（1→8）1 滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は、紫色を呈する。

(3) 本品 0.1 g を 450～550℃で強熱するとき、発煙し、特異なにおいを発生する。煙が発生しなくなった後、加熱をやめ、冷後、黒色の残留物に硝酸（1→10）5 mL を加え、加温して溶かした

後、ろ過する。ろ液にモリブデン酸アンモニウム試液 1 mL を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

pH 3.7~6.5

本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

本品を減圧デシケーターで4時間乾燥した後、微細な粉末とし、その 0.1 g を量り、水 30 mL を加えて振り混ぜ、約10分間放置し、水酸化ナトリウム溶液(1→250) 2 mL を加え、~~ときどき時々~~振り動かしながら 60°C で1時間加温して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、検液とする。

~~(2) 液性 pH3.7~6.5~~

~~本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g , 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g , 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL , フレーム方式)

~~(4)~~(3) 水可溶物 1.0%以下

本品 1.5 g を量り、水 30 mL を加え、10分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 20 mL を量り、水浴上で蒸発乾固し、 100°C で恒量になるまで乾燥し、質量を量る。

~~(5)~~(4) 脂肪 1.52.0%以下

~~あらかじめフラスコを 100°C で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。次に本品約 2.5 g を精密に量り、別の容器に入れ、塩酸(2→3) 15 mL を加え、直火で穏やかに加熱して溶かした後、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール 10 mL を加え、リョーリッヒ管に移し、ジエチルエーテル 25 mL を加え、1分間激しく振り混ぜる。次に石油エーテル 25 mL を加え、30秒間激しく振り混ぜた後、放置する。側枝管Aよりとった上層液をろ紙を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに入れる。更にジエチルエーテル 15 mL 及び石油エーテル 15 mL ずつを用いて同様の操作を2回繰り返す。上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上でジエチルエーテル及び石油エーテルを留去し、残留物を $98\sim 100^\circ\text{C}$ で4時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。~~

あらかじめフラスコを $102\pm 2^\circ\text{C}$ で1時間乾燥し、デシケーター中で1時間放冷した後、質量を精密に量る。次に、本品約 2.5 g を精密に量り、塩酸(3→4) 約 10 mL でマジョニア管に洗い込む。マジョニア管にガラス栓をして水浴中で穏やかに振り混ぜて溶かした後、更に20分間水浴中で加熱する。冷後、エタノール(95) 10 mL を加えて穏やかに混合し、次にジエチルエーテル 25 mL を加え、1分間激しく振とうする。次に石油エーテル 25 mL を加え、30秒間激しく振とうした後、30分間以上放置、又はマジョニア管の外周部が $70\times\text{g}$ になる回転数で5分間遠心分離し、上層液を先のフラスコにとる。更にジエチルエーテル 15 mL 及び石油エーテル 15 mL を用いて同様の抽出操作を繰り返す。上層液を少量の硫酸ナトリウムをのせたろ紙(5種A)を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに合わせる。漏斗内のろ紙と硫酸ナトリウムを少量のジエチルエーテル/石油エーテル混液(1:1)で洗い、洗液を先のフラスコに合わせる。マジョニア管のガラス栓をはずした際とマジョニア管から抽出液をフラスコに移した際には、抽出液と接触したガラス栓、マジョニア管口、フラスコ口及び漏斗を少量のジエチルエーテル/石油エーテル混液(1:1)で洗い、洗液を合わせる。フラスコ内の溶媒を減圧留去した後、残留物を $102\pm 2^\circ\text{C}$ で1時間乾燥し、デシケーター中で1時間放冷し、質量を精密に量る。乾燥・放冷・質量測定を、前回の秤量値か

らの変化が1 mg 以下の減少であるか増加するまで行い、その際の最小値を用いる。

乾燥減量 12.0%以下 (100°C, 3時間)

強熱残分 2.5%以下 (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。
0.05mol/L 硫酸 1 ~~mL~~mL=1.401mg N

カゼインナトリウム

Sodium Caseinate

[9005-46-3]

含量 本品を乾燥したものは、窒素 (N=14.01) 14.5~15.8%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 「カゼイン」の確認試験(1)、(2)及び(3)を準用する。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0~7.5 (1.0 g, 水 50mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

「カゼイン」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 液性 pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 50mL)~~

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

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ (3) ヒ素 As₂O₃として2.01.5µg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ (4) 脂肪 1.52.0%以下

「カゼイン」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

乾燥減量 15.0%以下 (100°C, 3時間)

強熱残分 6.0%以下 (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。
0.05mol/L 硫酸 1 ~~mL~~mL=1.401mg N

カタラーゼ

Catalase

定義 本品は、ブタの肝臓、又は糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus foetidus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Penicillium amagasakiense*に限る。), 酵母 (*Saccharomyces*属に限る。) 若しくは細菌 (*Micrococcus luteus*, *Micrococcus lysodeikticus*に限る。) の培養物より得られた、過酸化水素を分解する酸化還元酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色若しくは無~暗緑色の液体

で、おおいがないか又は特異なおおいがある。

確認試験 本品は、カタラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

カタラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のリン酸緩衝液 ($0.05\text{mol}/\text{L}$) を加えて溶解又は均一に分散し 100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

過酸化水素 0.135mLを量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 ($0.05\text{mol}/\text{L}$) を加えて 100mLとしたものを基質溶液とする。

分光光度計の恒温セルホルダーを 25°C 、測定波長を 240nm に設定する。石英セル (層長 10mm) に、基質溶液 2.9mL を量り、 25°C で 5 分間放置した後、試料液 0.1mL を加えて混和する。反応を開始する。試料液添加直後及び 1 分後の波長 240nm における吸光度を測定するとき、試料液添加直後の吸光度は 1 分後の吸光度より大きい。

第2法

本品 1.0 gを量り、水、冷水又はリン酸ナトリウム緩衝液 ($0.01\text{mol}/\text{L}$, pH7.0, エチレングリコール含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mLとしたもの、又は、これを更に水、冷水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

過酸化水素 1.25mLを量り、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 ($0.2\text{mol}/\text{L}$) を加えて混和し 100mL とする。この液 10mL を量り、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 ($0.2\text{mol}/\text{L}$) を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

30°C で 5 分間加温した試料液 1 mL にあらかじめ 30°C で加温した基質溶液 5 mL を加えて混和し、5 分間放置した後、硫酸試液 ($0.5\text{mol}/\text{L}$) 2 mL を激しく振り混ぜながら加え、検液とする。別に試料液 1 mL に硫酸試液 ($0.5\text{mol}/\text{L}$) 2 mL を加えて混和した後、基質溶液 5 mL を加え、比較液とする。検液及び比較液にヨウ化カリウム試液 (1→10) 1 mL 及び七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (1→100) 1 滴をそれぞれ加え、 $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性デンプン試液 5 滴) するとき、検液の $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は、青色が消えるときとする。

活性炭

Active Carbon

性 状 本品は、黒色の粉末、粒又は繊維状の物質で、におい及び味がない。

確認試験 (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、その約 0.1 g を量り、~~希メチレンブルー試液~~ 0.001 w/v %メチレンブルー試液 10 mL 及び塩酸 (1 → 4) 2 滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、その約 0.5 g を量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

純度試験 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、110～120℃で 3 時間乾燥した後、その 4.0 g を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水 180 mL を加え、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。冷後、水を加えて 200 mL とし、乾いた定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。初めのろ液約 30 mL を捨て、残りのろ液を A 液として次の (1)～(3)、(5) の試験を行う。

(1) 塩化物 Cl として 0.53% 以下

A 液 1.0 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄ として 0.48% 以下

A 液 2.5 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を用いる。

(3) 亜鉛 Zn として 0.10% 以下

A 液 2.0 mL を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水で 200 mL とし、検液とする。別に亜鉛標準液 4.0 mL を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水で 200 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン又は水素

(4) 鉛 Pb として ~~10.5~~ 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~A 液 50 mL を量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸 (1 → 150) 10 mL を加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に硝酸 (1 → 150) を加えて 10 mL 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。~~

本品に塩酸 (1 → 4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

A 液 25 mL を量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。 ~~第 2 法, 装置 B を用いる。~~

活性白土

Activated Acid Clay

定 義 本品は、酸性白土を硫酸処理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、類白～灰色の粉末又は粒状である。

確認試験 本品 1.0 g に無水炭酸ナトリウム 3.0 g 及びホウ酸 0.4 g を混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸 10 mL を加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

pH 2.0～6.0

本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 2 時間加熱し、冷後、直径 47 mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 μm）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、検液とする。

純度試験 ~~(1) 液性 pH 2.0～6.0~~

~~本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 2 時間加熱し、冷後、直径 47 mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 μm）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、検液とする。~~

~~(2) (1) 水可溶物 1.6%以下~~

~~(1) の pH の検液 50 mL を正確に量り、蒸発乾固し、残留物を 110℃で 2 時間乾燥し、その質量を量る。~~

~~(3) (2) 鉛 Pb として 40 μg/g 以下 (0.10 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→25) 20 mL 及び水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、30 分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、A 液とする。A 液 25 mL 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 20 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に塩酸 (1→10) を加えて 20 mL 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。~~

~~本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。~~

~~(4) (3) ヒ素 As₂O₃ として 4.03 μg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~本品に塩酸 (1→25) 20 mL 及び水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、30 分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、(3) の A この液 50 mL を量り、水浴上で蒸発して 5 mL とし、検液とする。装置 B を用いる。~~

強熱減量 35.0%以下 (110℃, 3 時間, 次に 550℃, 3 時間)

ガティガム

Gum Ghatti

定義 本品は、ガティノキ (~~Anogeissus latifolia Wallich~~Anogeissus latifolia (Roxb. ex DC.) Wall. ex Bedd.) の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性状 本品は、灰～帯赤灰色の粉末若しくは粒又は淡～暗褐色の塊で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 (1) 本品 1 g に水 5 ~~mL~~ を加えるとき、粘稠な液体となる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ に ~~薄めた塩基性酢酸鉛試液~~ 酢酸鉛 (II) 試液 (塩基性) (1→5) 0.2 ~~mL~~ を 滴下 したとき、沈殿は生じないか又はごくわずかの沈殿を生じるが、これにアンモニア試液 0.5 ~~mL~~ を加えると、乳白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→50) をクロマトグラフィー用ケイソウ土でろ過した溶液は、左旋性を示す。

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

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~40~~ 2 µg/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 14.0% 以下 (105°C, 5 時間)

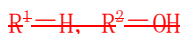
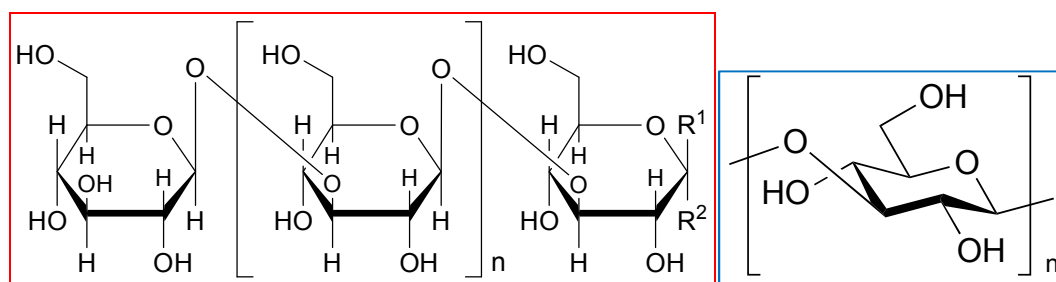
灰分 6.0% 以下

酸不溶性灰分 1.0% 以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下~~ 生菌数は 10000 以下, 真菌数は 1000 以下 である。また、大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第 1 法により調製する。

カードラン

Curdlan



(3→1)-β-D-Glucopyranan [54724-00-4]

定義 本品は、アグロバクテリウム属細菌 (Agrobacterium biovar 1 に限る。) 又はリゾビウム属細菌 (Rhizobium radiobacter に限る。) の培養液から得られた、β-1,3-グルカンを主成分とするものである。

含量 本品は、カードラン 80.0% 以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においはない。

- 確認試験** (1) 本品 0.2 g に水 5 mL を加えてよくかき混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3→25) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、溶解する。
- (2) 本品の 2% 懸濁液 10 mL を水浴中で 10 分間加熱するとき、ゲルを形成する。
- (3) 本品の 2% 懸濁液 10 mL に硫酸 5 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱した後、冷却する。この液 1 mL に水 100 mL 及び炭酸バリウムを加えて中和した後、900×g で 10 分間遠心分離する。この上澄液 5 mL にフェーリング試液 5 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

pH 6.0～7.5 (1% 懸濁液)

純度試験 ~~(1) 液性 pH6.0～7.5 (1% 懸濁液)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pb として 0.5 μg/g 以下 (~~208.0~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(2)(2)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4)(3)~~ 総窒素 0.3% 以下

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

乾燥減量 10.0% 以下 (~~60°C~~, 減圧, 60°C, 5 時間)

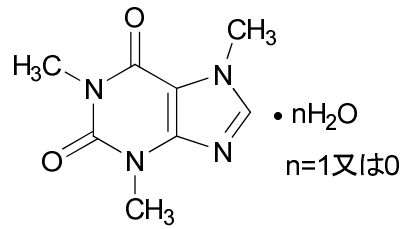
強熱残分 6.0% 以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 1,000 以下、生菌数は 1000 以下、真菌数は 100 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 10 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 10 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させ、この液 20 mL をラウリル硫酸ブイオン培地 200 mL と混合し、35 ± 1 °C で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 25 g を乳糖ブイオン培地 475 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1 °C で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、~~0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) を加えて振り混ぜて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、フェノール溶液 (1→20) 1 mL 及び硫酸 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、氷水中で冷やし、検液とする。~~対照液は、水 0.1 mL を用いて検液の場合と同様に操作し調製する。~~別に ブドウ糖 D (+) - グルコース 約 0.1 g を精密に量り、これを用いて検液の場合調製と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液につき、水 0.1 mL を用いて検液の調製と同様に操作して得た液を対照として の波長 490 nm 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。

$$\text{カードランの含量 (\%)} = \frac{\text{ブドウ糖 D (+) - グルコースの採取量 (g)} \times A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times A_S} \times 0.900 \times 100 \text{ (\%)}$$

カフェイン (抽出物) (新規)
Caffeine (Extract)



分子量 1水和物 212.21

$C_8H_{10}N_4O_2 \cdot nH_2O$ (n=1又は0) 無水物 194.19

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6 (3*H*,7*H*)-dione monohydrate [5743-12-4]

1,3,7-Trimethyl-1*H*-purine-2,6 (3*H*,7*H*)-dione [58-08-2]

定義 本品は、コーヒノキ属 (*Coffea* 属) の植物の種子又はチャノキ (*Camellia sinensis* (L.) Kuntze) の葉から得られた、カフェインを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、白色の針状結晶又は粉末である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1→500) 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける。
- (2) 本品10 mg に過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液2～3滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 2～3滴を加えるとき、消える。
- (3) 本品10 mg を水に溶かし50 mL とする。この液5 mL に酢酸 (1→100) 3 mL 及びピリジン (1→10) 5 mL を加えて混和した後、次亜塩素酸ナトリウム試液 (1→2) 2 mL を加え、1分間放置する。これにチオ硫酸ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5 mL を加えるとき、黄色を呈する。

融点 235～238℃ (乾燥後)

純度試験 (1) 塩化物 Cl⁻として0.01%以下 本品2.0 g を熱湯80 mL に溶かし、20℃に急冷し、水を加えて100 mL とし、試料液とする。試料液40 mL に硝酸 (1→10) 6 mL 及び水を加えて50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L 塩酸0.25 mL を用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄²⁻として0.024%以下 (1) の試料液40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.005 mol/L 硫酸0.40 mL を用いる。

(3) 鉛 Pbとして2 μg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 Asとして1.5 μg/g 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

(5) 類縁物質 本品0.10 g をトルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 10 mL に溶かし、検液とする。この液1 mL を正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mL とする。この液1 mL を正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mL とする。この液1 mL を正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mL とし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ10 μL ずつ量り、トルエン/エタノール (99.5) 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10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、紫外線 (波長254 nm) 下で観

察するとき、検液から得た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。
ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を担体とし、110℃で
1時間乾燥したものを使用する。

(6) 硫酸呈色物 本品0.50 gを量り、試料とし、比色標準液Dを用いて試験を行う。

乾燥減量 8.5%以下（1 g, 80℃, 4時間）

強熱残分 0.1%以下（0.5 g）

定量法 本品を乾燥し、その約0.4 gを精密に量り、無水酢酸／酢酸混液（6：1）70mLに溶かし、
0.1mol/L過塩素酸で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸溶液（1→100）3滴）。
ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、
補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL=19.42mg $C_8H_{10}N_4O_2$

α-ガラクトシダーゼ

α-Galactosidase

メリビアーゼ

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Mortierella*属に限る。) 又は細菌 (*Bacillus stearothermophilus*に限る。) の培養物より得られた、糖類の非還元末端のα-D-ガラクトシド結合を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、α-ガラクトシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下（0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式）
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下（0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B）

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

α-ガラクトシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し250mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

メリビオース1.0 gを量り、pH5.0の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）を加えて溶かし100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.5mLを量り、40℃で5分間加温し、試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、40℃で

30 分間加温した後、水浴中で 10 分間加熱し、流水で室温まで冷却する。この液に D-グルコース測定用試液（ムタローターゼ含有）6 mL を加えてよく振り混ぜ、40℃で 15 分間加温し、検液とする。別に基質溶液 0.5 mL を量り、試料液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜ、直ちに水浴中で 10 分間加熱し、流水で室温まで冷却する。この液を以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第 2 法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、10000 倍、若しくは 100000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル- α -D-ガラクトピラノシド 0.21 g を量り、pH 5.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶かし、100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 2 mL を量り、37℃で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37℃で 15 分間加温する。この液に炭酸ナトリウム溶液（11→1000）5 mL を加えて直ちに混和し、検液とする。別に基質溶液 2 mL を量り、炭酸ナトリウム溶液（11→1000）5 mL を加えて振り混ぜ、次に試料液 1 mL を加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 405 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

β -ガラクトシダーゼ

β -Galactosidase

ラクターゼ

定 義 本品は、動物の臓器、又は糸状菌（*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Penicillium multicolor*, *Rhizopus oryzae*に限る。）、酵母（*Kluyveromyces fragilis*, *Kluyveromyces lactis*, *Saccharomyces* 属, *Sporobolomyces singularis*に限る。）若しくは細菌（*Bacillus circulans*, *Streptococcus* 属に限る。）の培養物より得られた、 β -D-ガラクトシドのガラクトシド結合を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、 β -ガラクトシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 μ g/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

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、生菌数は50000以下である。
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

β -ガラクトシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 gを量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル・塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10倍、100倍、若しくは 1000倍に希釈したものを試料液とする。

ラクトース一水和物 12.63 gを量り、水 80mLを加えて水浴中で加熱して溶かし、流水で冷却した後、pH6.0の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mLを加え、水を加えて 100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 5 mLを量り、40°Cで 10分間加温し、試料液 1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで 10分間加温した後、水酸化ナトリウム溶液 (43→500) 1 mLを加えて直ちに混和する。この液を 40°Cで 5分間加温した後、氷水中で冷却し、塩酸 (9→50) 1 mLを加えて振り混ぜ、氷水中で冷却し、この液 0.1mLにD-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 3 mLを加えて混和し、40°Cで 20分間加温し、検液とする。別に基質溶液 5 mLを量り、水酸化ナトリウム溶液 (43→500) 1 mLを加えて振り混ぜ、40°Cで 10分間加温した後、試料液 1 mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を 40°Cで 5分間加温した後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 0.14 gを量り、リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10倍、100倍、若しくは 1000倍に希釈したものを試料液とする。

o-ニトロフェニル β -D-ガラクトピラノシド 0.25 gを量り、リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) を加えて溶かし 100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

30°Cで 5～15分間加温した試料液 1 mLを量り、あらかじめ 30°Cで加温した基質溶液 5 mLを加えて混和し、30°Cで 10分間加温する。この液に炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 2 mLを加え、検液とする。別に 30°Cで 5～15分間加温した試料液 1 mLを量り、炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 2 mLを加え、次に基質溶液 5 mLを加え混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、調製後 30分以内に波長 420 nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 250 mL としたもの、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

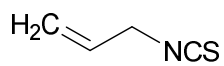
o-ニトロフェニルβ-D-ガラクトピラノシド 0.37 g を量り、pH4.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1 mol/L) を加えて溶かし 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 2 mL を量り、37°C で 10 分間加温し、試料液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 15 分間加温する。この液に炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 2.5 mL を加えて直ちに振り混ぜ、水 20 mL を加え、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、15 分以内に波長 420 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

カラシ抽出物 (新規)

Mustard Extract



C_4H_5NS

分子量 99.16

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

定 義 本品は、カラシナ (*Brassica juncea* (L.) Czern.) の種子から得られた、イソチオシアン酸アリルを主成分とするものである。

含 量 本品は、イソチオシアン酸アリル (C_4H_5NS) 93.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、からしよりの強い刺激性のにおいがある。

確認試験 本品 0.15 g を量り、シクロヘキサン 20 mL を加えて検液とする。定量用イソチオシアン酸アリル、イソチオシアン酸 sec-ブチル、イソチオシアン酸 3-ブテニルそれぞれ 0.15 g を量り、シクロヘキサン 20 mL を加えてそれぞれ標準液 A、B、C とする。検液及び標準液 A をそれぞれ 0.5 μL ずつを量り、定量法の操作条件を準用してガスクロマトグラフィーを行う。ただし、カラム温度は、80°C で注入し、毎分 4°C で 250°C まで昇温する。このとき、検液の主ピークは標準液 A の主ピークと保持時間が一致する。また、検液、標準液 B 及び標準液 C それぞれ 0.5 μL ずつを量り、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、検液には標準液 B 及び標準液 C の主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

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, フレーム方式)

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

定 量 法 本品約 0.15 g を精密に量り、内標準液 10 mL を正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に 20 mL 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) とする。別に、定量用イソチオシアン酸アリル約 0.15 g を精密に量り、内標準液 10 mL を正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に 20 mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 1 μL ずつを量り、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イソチオシアン酸アリルのピーク面積のデカンのピーク面積に対する比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。

イソチオシアン酸アリルの含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用イソチオシアン酸アリルの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

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ルポリシロキサンを0.25 μ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 80 $^{\circ}$ Cで注入し, 毎分4 $^{\circ}$ Cで180 $^{\circ}$ Cまで昇温する。

注入口温度 100 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸アリルの保持時間が7~8分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:50

測定時間 30分

カaramel I

Caramel I (~~plain~~ Plain caramel)

カaramel

[8028-89-5]

定 義 本品は, でん粉加水分解物, 糖蜜又は糖類の食用炭水化物を, 熱処理して得られたもの, 又は酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので, 亜硫酸化合物及びアンモニウム化合物を使用していないものである。

性 状 本品は, 暗褐〜黒色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり, 味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) は, 淡褐〜黒褐色を呈する。

(2) あらかじめ測定する吸光度が約0.5になるように本品を量り, ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を加えて正確に100~~mL~~ mL とし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, A液とする。A液20~~mL~~ mL を量り, ~~弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体~~ 弱塩基性DEAEセルロース陰イオン交換体 (-O-C₂H₄-N(C₂H₅)₂型) 0.20g (0.7~~meq~~ mL 当量 / g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する) を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液をとり, B液とする。A液及びB液を ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を対照とし, ~~液層の長さ~~ 層長 1cm で波長560nmにおける吸光度A_A及びA_Bを測定するとき, (A_A-A_B) / A_Aは0.75以下を示す。

(3) 本品0.20~0.30gを量り, ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を加えて正確に100~~mL~~ mL とし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, C液とする。C液40~~mL~~ mL を量り, ~~強酸性~~ 強酸性

~~ソルゲル~~酸化セルロース陽イオン交換体強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—P₃H₂型)

2.0 g (0.85 meq/ミリ当量/g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する)を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液をとり, D液とする。C液及びD液を ~~0.025 mol/L~~ 塩酸塩酸試液 (0.025 mol/L) を対照とし, ~~液層の長さ~~ 層長 1 cm で波長 560 nm における吸光度 A_C 及び A_D を測定するとき, (A_C - A_D) / A_C は 0.50 以下を示す。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 25 µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 5.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 µg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, ~~比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式~~)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~1.00~~ 0.8 µg/g 以下 (~~2.0~~ 2.5 g, 第3法, ~~標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置 B~~)

~~(4) (3)~~ 固形物含量 55%以上

あらかじめ海砂 30.0 g を量り, ~~ひょう量秤量皿~~ に入れ, その合計質量 W_{M_s} を精密に量る。本品 1.5~2.0 g W_{M_c} を精密に量り, 少量の水を加えてよくかき混ぜ, 水浴上で乾固するまで加熱し, ~~恒量になるまで~~ 60°C で 5 時間減圧乾燥し, その質量 W_{M_f} を精密に量り, 次式により固形物含量を算出する。

$$\text{固形物含量 (\%)} = ((W_{M_f} - W_{M_s}) / W_{M_c}) \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

~~(5) (4)~~ 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

酸化マグネシウム 1~3 g 又は ~~硝酸マグネシウム~~ 硝酸マグネシウム六水和物 6.4~19.2 g, ~~白糖~~ スクロース 1 g 及び硝酸 50 mL を蒸発皿にとり, 本品 5~10 g を精密に量って加え, 水浴上でペースト状になるまで濃縮する。冷えた電気炉 (常温) に蒸発皿を入れ, 徐々に加熱 (525°C 以下) し, 全ての二酸化窒素の発煙が無くなるまで加熱を続ける。蒸発皿を冷却し, ~~塩酸 (1→25)~~ 塩酸 (2→5) で溶解し, 中和し, 更に 5 mL を加える。ろ過し, 沸騰するまで加熱し, ~~10%塩化バリウム溶液~~ 塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 5 mL を ~~滴下しながら加える~~ 滴加する。100 mL まで濃縮し, 一夜放置し, 定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し, 温湯で洗浄し, ろ紙及び残留物をあらかじめ質量を測定したるつぼに入れ, 恒量になるまで強熱して硫酸バリウムとして質量を精密に量る。次式により総硫黄を求め, 更に固形物換算する。別に空試験を行う。

$$\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.1374$$

$$\text{総硫黄 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.1374}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

試料の採取量 (g)

~~(6) (5)~~ 総窒素 4.0%以下 (固形物換算)

本品約 1 g を精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

~~(7) (6)~~ 4-メチルイミダゾール

150 mL ポリプロピレンビーカーに固形分約 10 g に対応する量の本品を精密に量り, ~~3.0 mol/L~~ 水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (3 mol/L) 5 mL を加え, 均一に混合し, pH12 以上とする。ビーカーにクロマトグラフィー用ケイソウ土 20 g を加え, 内容物が半乾燥の混合物になるまで混合する。これを, ガラスウールを底に詰めた内径約 2 cm のクロマトグラフィー用ガラス管 (テフロン製コック付き) に入れ, 内容物が約 25 cm の高さになるように充てんする。酢酸エチルで先の試料ビーカーを洗浄しながら, 酢酸エチルをガラス管に流し込む。溶媒がガラス管の底に達したとき, コックを閉じ, 5 分間放置する。コックを開け, ガラス管に酢酸エチルを注ぎ, 流出液の総量が約 200 mL になるまで流出液を集める。流出液に内標準溶液 1 mL を正確

に加えた後、ナス型フラスコに移し、酢酸エチルを 35℃以下で留去する。残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5 ~~mL~~ mL とし、検液とする。別に 4-メチルイミダゾール ~~約 0.02g~~ 20mg を精密に量り、内標準溶液 20 ~~mL~~ mL を正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、~~正確に~~ 100 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール ~~0.050g~~ 50mg を量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に 50 ~~mL~~ mL としたものとす。検液及び標準液をそれぞれ 5 ~~mL~~ mL 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とき、検液には 4-メチルイミダゾールのピークを認めない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 7.5% のポリエチレングリコール 20M と 2% 水酸化カリウムの混合物

担体 150~160 μ 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 4 mm, 長さ 1 m のガラス管

カラム温度 180℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス 窒素

流量 50 ~~mL~~ mL / 分

カラメル II

Caramel II (~~caustic sulfite process~~ Sulfite caramel)

カラメル

[8028-89-5]

定義 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、亜硫酸化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、アンモニウム化合物を使用していないものである。

性状 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験 (2) を準用する。ただし、その値は 0.50 以上である。

(3) 本品 0.10 g を量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を用い、A 液とする。A 液 5 ~~mL~~ mL を量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、B 液とする。A 液を水を対照とし、~~液層の長さ層長~~ 1 cm で波長 560nm における吸光度 A_A を、又 B 液を水を対照とし、~~液層の長さ層長~~ 1 cm で波長 280nm における吸光度 A_B をそれぞれ測定するとき、 $A_B \times 20 / A_A$ は 50 以上を示す。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 25 μ g/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 5.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 2.0 ~~2~~ μ g/g 以下 (5.0 ~~2.0~~ g, 第 1 法, ~~比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式~~)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As_2O_3 として 1.0 ~~0.8~~ μ g/g 以下 (2.0 ~~2.5~~ g, 第 3 法, ~~標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置 B~~)

~~(4)~~(3) 固形物含量 65%以上

「カラメル I」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

~~(5)~~(4) 総硫黄 2.5%以下 (固形物換算)

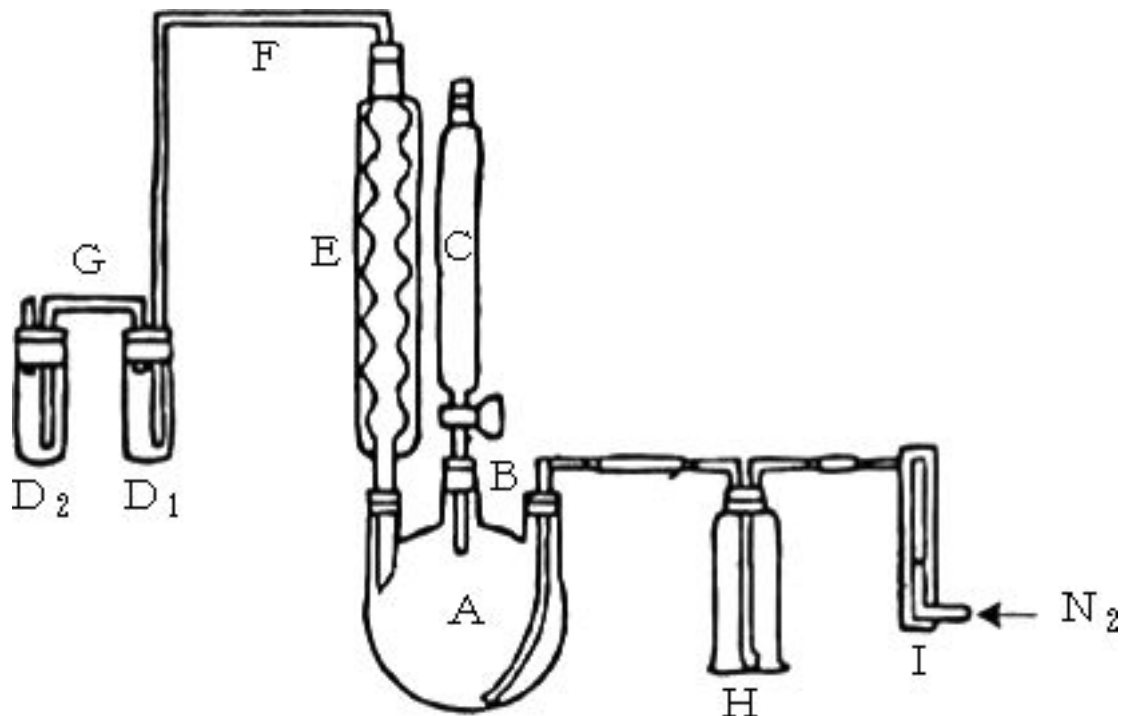
「カラメル I」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(6)~~(5) 総窒素 0.2%以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験~~(6)~~(5)を準用する。

~~(7)~~(6) 二酸化硫黄 0.2%以下 (固形物換算)

(i) 装置 概略は次の図による。



A : 三つ口フラスコ (1000mL)

B : 栓 (シリコン製)

C : 分液漏斗 (円筒形, 100~~mL~~mL 容量)

D : 受器 (遠沈管, 50~~mL~~mL 容量)

E : アリーン氏冷却管 (300mm)

F, G : 接続管

H : ガス洗浄瓶 (250~~mL~~mL 容量)

I : 流量計

(ii) 操作法

三つ口フラスコ(A)に水 180~~mL~~mL 及びリン酸 (1→4) 25~~mL~~mL を入れ、受器(D₁, D₂)には過酸化水素試液 20~~mL~~mL ずつを入れる。次に窒素 (アルカリ性ピロガロール溶液ピロガロール試液 (アルカリ性)) で酸素を除いたものを流量 200±10~~mL~~mL/分で通じながら、冷却管(E)から還流してくる水滴が1分間に80~90滴になるようにマントルヒーターの温度を制御しながら三つ口フラスコ(A)を加熱し、約3分間煮沸する。冷後、本品約10gを精密に量り、三つ口フラスコ(A)中に速やかに入れ、先の窒素を流量 200±10~~mL~~mL/分で通じながら三つ口フラスコ(A)を加熱して静かに沸騰させ、60分間加熱を続けた後、冷却管(E)の水を止め、

しばらく加熱を続け、接続管(F)の冷却管側に水蒸気の水滴が付き、冷却管(E)の上部が60～70℃に達したとき、受器(D₁, D₂)を取り外し、接続管(G, F)を少量の水で洗い、受器中の捕集液をビーカーに移し、メチルレッド試液2滴を加え、~~1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液(1mol/L)を液の色が黄色に変わるまで加える。この液に~~1mol/L塩酸溶液~~塩酸試液(1mol/L)4滴を加えて煮沸し、~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液(1→6)2mLを徐々に加える。この液を水浴上で1時間加熱し、冷後、一夜放置し、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、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温水で洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量となるまで強熱し、硫酸バリウムとして質量を精密に量り、次式により計算する。更に固形物換算する。

$$\text{二酸化硫黄 (SO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.2745}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

カラメル III

Caramel III (~~ammonia process~~Ammonia caramel)

カラメル

[8028-89-5]

定義 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、アンモニウム化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、亜硫酸化合物を使用していないものである。

性状 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は0.50以下である。

(3) 「カラメル I」の確認試験(3)を準用する。ただし、その値は0.50以上である。

純度試験 (1) ~~重金属 Pbとして25μg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液5.0mL)~~

~~(2)~~ 鉛 Pbとして~~2.0~~2μg/g以下(~~5.0~~2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~(2) ヒ素 As₂O₃として~~1.0~~0.8μg/g以下(~~2.0~~2.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液4.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) 固形物含量 53%以上

「カラメル I」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

~~(5)~~(4) アンモニア性窒素 0.4%以下(固形物換算)

0.05mol/L硫酸25mLを500mLの捕集用フラスコに入れ、ケルダール接続部と冷却管からなる蒸留装置につなぎ、冷却管の先が捕集用フラスコの酸液に浸るようにする。本品約2gを精密に量り、800mLのケルダール分解フラスコに移し、酸化マグネシウム2g、水200mL及び沸騰石数個を加える。分解フラスコケルダールフラスコをよく振り内容物を混合した後、速やかに蒸留装置に接続する。分解フラスコケルダールフラスコを液が沸騰するまで加熱し、捕集用フラスコに留出液約100mLを受ける。留出管の先端を水2～3mLで洗い、捕集用フラスコに洗液を受け、メチルレッド試液4～5滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定

量 (~~mL~~) を S とする。同様の方法で空試験を行い 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (~~mL~~) を B とする。次式によりアンモニア性窒素の含量を求め、固形物換算する。

$$\text{アンモニア性窒素の含量 (\%)} = \frac{(B - S) \times 0.0014}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

~~(6)~~ (5) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験 ~~(5)~~ (4) を準用する。

~~(7)~~ (6) 総窒素 6.8%以下 (固形物換算)

本品約 0.5 g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

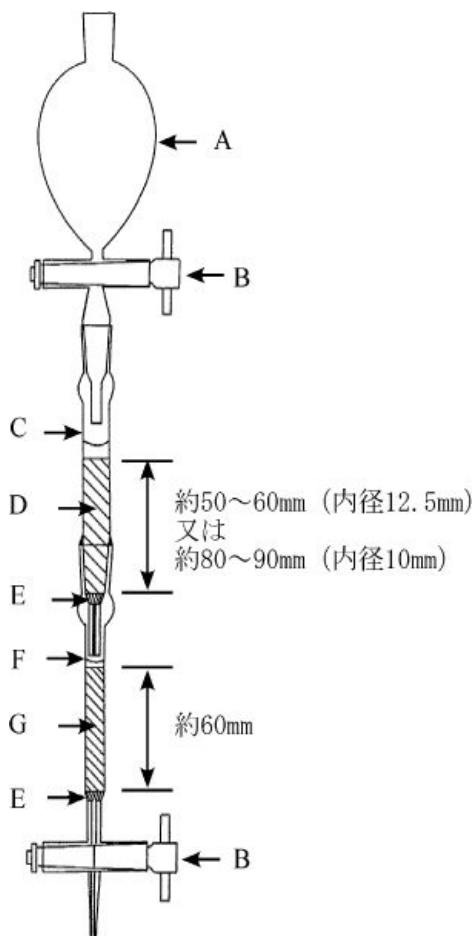
~~(8)~~ (7) 4-メチルイミダゾール 0.30 mg/g 以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験 ~~(7)~~ (6) を準用し、同様の操作を行う。ただし、4-メチルイミダゾール約 ~~0.02g~~ 20 mg, 約 ~~0.06g~~ 60 mg 及び約 0.1 g をそれぞれ精密に量り、内標準溶液 20 ~~mL~~ を正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ とし、これらの液を標準液とする。また、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール ~~0.050g~~ 約 0.10 g を精密に量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に ~~50mL~~ 100 mL としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ 5 ~~mL~~ ずつ量り、ガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積比と標準液に含まれる 4-メチルイミダゾール濃度から検量線を作成する。検液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

~~(9)~~ (8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシピチルイミダゾール 40 µg/g 以下 (固形物換算)

(i) 装置 組み合わせカラム

概略は次の図による。ただし、部品の接続部は標準すり合わせガラス接続とする。



A : ~~滴下~~滴加漏斗 (100~~mL~~mL)

B : テフロン製コック

C : ガラスカラム 内径 12.5mm, 長さ 150mm (接続部分を含む)
又は内径 10mm, 長さ 200mm (接続部分を含む)

D : 弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)

E : 綿栓

F : ガラスカラム 内径 10mm, 長さ 175mm (接続部分を含む)

G : 強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)

(ii) 操作法

本品 0.20~0.25 g を精密に量り, 水 3~~mL~~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カラム C に定量的に移す。カラムを水約 100~~mL~~mL で洗浄する。上側のカラム C を外し, ~~滴下~~滴加漏斗 A を下側のカラム F に接続した後, カラム F を ~~0.5mol/L 塩酸溶液~~塩酸試液 (0.5mol/L) で溶出する。最初の溶出液 10~~mL~~mL を捨て, その後に溶出液 35~~mL~~mL を集める。その溶液を 40°C, 2.0kPa で乾燥状態まで濃縮する。そのシロップ状の残留物を ~~カルボニル基除去~~メタノール ~~250 μ L~~0.25mL で溶解し, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 ~~250 μ L~~0.25mL 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。別に ~~2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.50 g を塩酸 1 mL に加えてかくはんした後, エタノール 10 mL を加えて, 水浴上で溶液になるまで加熱する。2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 0.1 g をその熱い溶液に加える。数分で 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ゾンの結晶化が始まり、室温まで冷却し結晶化が完全になったら、ろ過分離する。この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ゾンをエタノール5ml当たり塩酸1滴を加えたエタノールから再結晶することにより精製する。精製した結晶をろ過分離し、デシケーター中で乾燥する。この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ゾン約0.01g10mgを精密に量り、カルボニル基除去メタノールで正確に100mlとする。この溶液をカルボニル基除去メタノールで希釈して、0, 20, 40, 60, 80µg/mL, 100µg/ml0.1mg/mLの標準液を調製する。検液及び標準液をそれぞれ5µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。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ゾン100µg/ml0.1mg/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47.58µg/mlに相当する。~~

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 385nm)

カラム充てん剤 10µm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4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 常温

移動相 0.1mol/Lリン酸(17→2500)/メタノール混液(1:1)

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ゾンの保持時間が6.3±0.1分となるように調整する。

カラメル IV

Caramel IV(~~sulfite ammonia process~~Sulfite ammonia caramel)

カラメル

[8028-89-5]

定義 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、亜硫酸化合物及びアンモニウム化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたものである。

性状 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は0.50以上である。

(3) 「カラメル II」の確認試験(3)を準用する。ただし、その値は50以下である。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pbとして25µg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液5.0ml)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pbとして2.02µg/g以下(5.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As₂O₃として1.00.8µg/g以下(2.02.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液4.0ml, 装置B)

~~(4)~~ (3) 固形物含量 40%以上

「カラメル I」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

~~(5)~~(4) アンモニア性窒素 2.8%以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(6)~~(5) 総硫黄 10.0%以下(固形物換算)

「カラメル I」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(7)~~(6) 総窒素 7.5%以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(7)~~(6)を準用する。

~~(8)~~(7) 二酸化硫黄 0.5%以下(固形物換算)

「カラメル II」の純度試験~~(7)~~(6)を準用する。

~~(9)~~(8) 4-メチルイミダゾール 1.0mg/g以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(9)~~(7)を準用する。ただし、4-メチルイミダゾール約~~0.02g~~20mg, 約~~0.06g~~60mg, 約0.1g, 及び約0.2gを精密に量り、内標準溶液20~~mL~~mLを正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に100~~mL~~mLとし、これらの液を標準液とする。

カラヤガム

Karaya Gum

[9000-36-6]

定義 本品は、カラヤ (~~*Stereulia urens Roxburgh*~~*Stereulia urens Roxb.*) 若しくはその同属植物又はキバナワタモドキ (~~*Cochlospermum gossypium de Candolle*~~*Cochlospermum religiosum (L.) Alston*) 若しくはその同属植物の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性状 本品は、淡灰～淡赤褐色の粉末又は淡黄～淡赤褐色の塊で、酢酸のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の粉末1gを水50~~mL~~mLに加えてかき混ぜるとき、粘稠な液となり、その液は酸性を呈する。

(2) 本品の粉末0.4gをエタノール~~(95)~~6~~mL~~mLに懸濁し、かき混ぜながら水4~~mL~~mLを加えるとき、膨潤する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 3.0%以下

本品の粉末約5gを精密に量り、塩酸(1→10)100~~mL~~mLを入れた三角フラスコに加えて溶かし、時計皿で覆い、ガム質が溶解するまで、徐々に加熱し煮沸する。あらかじめ105℃で1時間乾燥したガラスろ過器(1G3)の質量を測定した後、このガラスろ過器を用いて温時吸引ろ過し、残留物を温水でよく洗い、ガラスろ過器とともに105℃で1時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(3)~~(2) 鉛 Pbとして10~~2~~2 μ g/g以下(1.0~~2.0~~2.0g, 第~~1~~3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~(3) ヒ素 As₂O₃として4.0~~3~~3 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(5)~~(4) デンプン及びデキストリン

本品0.2gを水10~~mL~~mLに加えて煮沸し、冷後、ヨウ素試液2滴を加えるとき、液は暗青色又は赤紫色を呈さない。

乾燥減量 20.0%以下(105℃, 5時間)

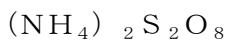
灰 分 8.0%以下

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下である。~~生菌数は 10000 以下、真菌数は 3000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 100mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とする。

過硫酸アンモニウム

Ammonium Persulfate



分子量 228.20

Diammonium peroxodisulfate [7727-54-0]

含 量 本品は、過硫酸アンモニウム (~~(NH₄)₂S₂O₈~~) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ mL を加えて加熱するとき、アンモニアのにおいがするガスを発生し、そのガスは、水で潤した ~~赤色リトマス紙~~ リトマス紙 (赤色) を青変する。

(2) 硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL に ~~硫酸マンガン~~ 硫酸マンガン (II) 五水和物 溶液 (1→100) 2～3 滴を加え、更に硝酸銀溶液 (1→50) 1 滴及び本品 0.2 g を加えて加温するとき、液は、~~紅赤色~~ 赤色 を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 重金属 Pb として 30µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、初め徐々に加熱し、次に白煙の発生がやむまで微赤熱し、残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 5 滴を加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 5 mL を加え、再び水浴上で蒸発乾固する。次に残留物に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水約 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 mL に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品を量り、白煙が発生しなくなるまで加熱する。残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 5 滴を加えて蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→4) 5 mL を加え、再び蒸発乾固する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。

(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~本品 1.0 g を量り、に水 10 mL を加えて溶かし、硫酸 1 mL 及び亜硫酸亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 50 ~~mL~~ mL を正確に量り、~~0.05 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 40 mL~~ 0.05 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 40 mL を正確に量って加え、更にリン酸 5 ~~mL~~ mL を加えた後、過量の 硫酸第一鉄アンモニウム 硫

酸アンモニウム鉄(II)を0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。

~~0.05mol/L硫酸第一鉄アンモニウム溶液~~0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(II)溶液 1 ~~mL~~mL =
11.41mg (NH₄)₂S₂O₈

カルナウバロウ

Carnauba Wax

Brazil Wax

カルナウバワックス

ブラジルワックス

[8015-86-9]

定 義 本品は、ブラジルロウヤシ (~~Copernicia prunifera H. E. Moore (Copernicia cerifera Martius)~~Copernicia prunifera (Mill.) H. E. Moore (Copernicia cerifera (Arruda) Mart.)) の葉から得られた、ヒドロキシセロチン酸セリルを主成分とするものである。

性 状 本品は、淡黄～淡褐色の明瞭な破断面のある硬くてもろい固体で、芳香がある。

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し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融 点 80～86°C

けん化価 78～95

本品約1gを精密に量り、エタノール(95)/キシレン混液(5:3)50mL及び0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液25mLを正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら1時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

純度試験 ~~(1) 融点 80～86°C~~

~~(2)~~(1) 酸価 10以下

本品約1gを精密に量り、エタノール(95)/キシレン混液(5:3)80~~mL~~mL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、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

~~(3) けん化価 78～95~~

~~本品約1gを精密に量り、エタノール/キシレン混液(5:3)50mL及び0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム試液25mLを正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら1時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。~~

~~(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)~~(2) 鉛 Pbとして10.2µg/g以下(~~1.0~~2.0g, 第1~~2~~法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~(3) ヒ素 As₂O₃として4.0~~3~~µg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

強熱残分 0.25%以下

カルボキシペプチダーゼ

Carboxypeptidase

定 義 本品は、コムギ (*Triticum aestivum* L.) の種皮及び果皮 (ふすま)、又は糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。)、酵母 (*Pseudozyma hubeiensis*, *Saccharomyces cerevisiae*に限る。)、放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) の培養物より得られた、たん白質及びペプチドをカルボキシ末端から分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、カルボキシペプチダーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 μ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

カルボキシペプチダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

N-カルボベンゾキシー-L-グルタミン-L-チロシン 23mgを量り、メタノール5 mLを加えて溶かし、更にpH3.5の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 10mLを加え、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液1 mLを量り、40°Cで5分間加温し、試料液0.1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして40°Cで20分間加温した後、ニンヒドリン試液0.5 mLを加えて直ちに振り混ぜ、水浴中で15分間加熱する。冷後、この液に水5 mLを加えて振り混ぜて5分間放置し、検液とする。別に試験管に基質溶液1 mLを量り、40°Cで5分間加温し、ニンヒドリン試液0.5 mL及び試料液0.1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し、冷後、この液に水5 mLを加えて振り混ぜて5分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長570nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

カルボキシメチルセルロースカルシウム

Calcium Carboxymethylcellulose

繊維素グリコール酸カルシウム

[9050-04-8]

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末又は繊維状の物質で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を乾燥し、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。

(2) 本品 1 g を 550～600℃で 3 時間強熱して得た残留物に水 10 mL 及び酢酸 (1→3) 5 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。次に煮沸し、冷後、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) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えてよく振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は、~~紅赤~~色を呈さない。

(2) 塩化物 Cl として 0.35% 以下

本品 0.10 g を量り、水 10 mL を加えてよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、硝酸 (1→10) で弱酸性とする。この液に過酸化水素 0.5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 20 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いる。

(3) 硫酸塩 SO₄ として 0.96% 以下

本品 0.10 g を量り、水 10 mL を加えてよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、塩酸 (1→4) で弱酸性とする。この液に過酸化水素 0.5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 20 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

(4) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0 g, 第 1 法 2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式~~)

(5) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 10.0% 以下 (105℃, 3 時間)

強熱残分 10.0～20.0% (乾燥物, 1 g)

カルボキシメチルセルロースナトリウム

Sodium Carboxymethylcellulose

繊維素グリコール酸ナトリウム

[9004-32-4]

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末又は粒状若しくは繊維状の物質で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を乾燥し、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。

(2) 本品 1 g を 550～600℃で 3 時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0～8.5

本品 0.50 g を量り、水 50 ml にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等とし、放冷した液について測定する。

純度試験 ~~(1) 液性 pH 6.0～8.5~~

~~本品 0.50 g を量り、水 50 ml にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜなが~~

~~ら 20 分間加温して均等とし、放冷した液について測定する。~~

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.64% 以下

本品 0.10 g を量り、水 20 mL 及び過酸化水素 0.5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 25 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を用いる。

~~(3)~~ (2) 硫酸塩 SO_4 として 0.96% 以下

純度試験 ~~(2)~~ (1) で得たるろ液 20 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

~~(4)~~ (3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~5.0 g~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレー ム方式)

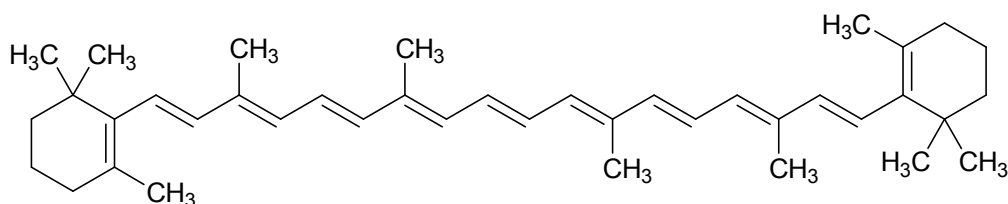
~~(5)~~ (4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 12.0% 以下 (105°C, 4 時間)

β -カロテン

β -Carotene

β -カロチン



$\text{C}_{40}\text{H}_{56}$

分子量 536.87

(1E, 3E, 5E, 7E, 9E, 11E, 13E, 15E, 17E)-3, 7, 12, 16-Tetramethyl-1, 18-bis(2, 6, 6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)octadeca-1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17-nonaene [7235-40-7]

含量 本品を乾燥したものは、 β -カロテン ($\text{C}_{40}\text{H}_{56}$) 96.0% 以上を含む。

性状 本品は、赤紫～暗赤色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいと味がある。

確認試験 (1) 本品のアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) の溶液 (1 → 1,000) は、だいたい色を呈する。この液をアセトンで希釈した液 (1 → 25) 5 mL に 5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 1 mL, 続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を加えるとき、直ちに脱色される。

(2) 本品のアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) の溶液 (1 → 250) 0.5 mL にシクロヘキサン 1,000 mL を加えた液は、波長 454~456 nm 及び 482~484 nm に極大吸収部がある。

融点 176~183°C (減圧封管中, 分解)

純度試験 ~~(1) 融点 176~183°C (減圧封管中, 分解)~~

~~(2)~~ (1) 溶状 澄明 (~~0.010 g~~ 10 mg, アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 10 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレー ム方式)

~~(4)~~ (3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装

置B)

~~(5)~~(4) 吸光度比 本品を乾燥し、その約 ~~0.04g~~40mg を精密に量り、アセトン/シクロヘキサン混液(1:1) 10~~mL~~mL を加えて溶かし、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 5~~mL~~mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とし、検液とする。検液 10~~mL~~mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とし、希釈検液とする。検液の波長 340nm 及び 362nm における吸光度 A_1 及び A_2 、並びに希釈検液の波長 434nm, 455nm 及び 483nm における吸光度 A_3 , A_4 及び A_5 を測定するとき、 A_2/A_1 は 1.00 以上、 $A_4 \times 10/A_1$ は 15.0 以上、 A_4/A_3 は 1.30~1.60、 A_4/A_5 は 1.05~1.25 である。

乾燥減量 1.0%以下(減圧, 4時間)

強熱残分 0.1~~0~~%以下

定量法 純度試験 ~~(5)~~(4) で用いた希釈検液につき、波長 454~456nm の極大吸収部における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\beta\text{-カロテン (C}_{40}\text{H}_{56}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2500} \times 100\text{---(\%)}\text{---}$$

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

カロブ色素 (新規)

Carob Germ Color

定義 本品は、イナゴマメ (*Ceratonia siliqua* L.) の種子の胚芽を粉砕して得られたものである。
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 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は30以上で、その表示量の90~110%を含む。

性状 本品は、淡黄~淡黄褐色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価30に換算して0.5gに相当する量を量り、70vol%メタノール50mLを加えて振り混ぜ、遠心分離して得られる上澄液は、淡黄~黄色を呈する。

(2) (1)の上澄液に水酸化ナトリウム溶液(1→20)を加えてアルカリ性にするとき、液の色は濃黄色に変わる。

(3) (1)の上澄液に塩酸(1→3)を加えて酸性にするとき、液の色は無色に変わる。

(4) (1)の上澄液5mLに塩化鉄(III)六水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、液の色は黄褐色に変わる。

(5) 本品の表示量から色価30に換算して0.1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→1250)100mLを加えた後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、波長385~400nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(3) デンプン 本品の表示量から、色価30に換算して0.10gに相当する量を量り、水10mLを加えて沸騰するまで加熱する。冷後、ヨウ素試液を2滴加えるとき、青色を呈さない。

乾燥減量 12.0%以下(105°C, 5時間)

灰 分 8.0%以下

色価測定 本品約0.5 gを精密に量り、70vol%メタノールを加えて正確に50mLとし、10分間超音波処理した後、毎分5000回転で10分間遠心分離を行う。上澄液 5 mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液 (0.01mol/L)を加えて正確に50mLとし、濁りが認められる場合は、メンブランフィルター (孔径 0.20μm) でろ過し、検液とする。水酸化ナトリウム試液 (0.01mol/L)を対照とし、波長385~400nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

カロブビーンガム

Carob Bean Gum

Locust Bean Gum

ローカストビーンガム

定 義 本品は、イナゴマメ (~~Ceratonia siliqua Linné~~ Ceratonia siliqua L.) の種子の胚乳を粉砕し、又は溶解し、沈殿して得られたものである。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~わずかに黄褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 2 g に 2-プロパノール 4 mLを加えてよく混ぜた後、よくかき混ぜながら水 200 mLを加え、更に均一に分散するまでよくかき混ぜるとき、やや粘性のある液となる。この液 100 mL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) (1)で得た加熱冷却後の液 10 mLに ~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム 十水和物溶液 (1 → 20) 2 mLを加え、混和して放置するとき、ゼリー状となる。

純度試験 (1) たん白質 7.0%以下 本品約 0.2 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754mg たん白質

(2) 酸不溶物 4.0%以下 「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(5)~~ (4) を準用する。

(3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5) デンプン 本品 0.10 g を量り、水 10 mLを加えて 沸騰するまで 加熱し、冷後、ヨウ素試液 2 滴を加えるとき、青色を呈さない。

(6) 2-プロパノール 1.0%以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(9)~~ (7) を準用する。

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL, 数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mLを入れ、よく混和する。内標準溶液 4 mL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2～3 mLの留出速度で、留分が約90 mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100 mLとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール溶液（1→1000）とする。別に2-プロパノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液20 mL及び内標準溶液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量}(\%) = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4(\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径3 mm, 長さ2 mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 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 14.0%以下（105℃, 5時間）

灰分 1.2%以下（800℃, 3～4時間）

微生物限度 微生物限度試験法 （試験法の適合性試験を除く。）により試験を行うとき、本品1 gにつき、~~細菌数は10,000以下である。~~ 生菌数は5000以下, 真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品5 gを乳糖ブイヨン培地500 mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

かんすい

Kansui

定義 本品は、「炭酸カリウム（無水）」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」、~~「炭酸水素ナトリウム」~~及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含む。

本品には、固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。

固形かんすい

性状 本品は、無～白色の結晶、粉末、塊又はこれらの混合物である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→10)は、アルカリ性である。

(2) 本品の水溶液(1→10)は、カリウム塩(1)の反応又はナトリウム塩(1)の反応を呈する。

(3) 炭酸塩又は炭酸水素塩を含む本品の水溶液(1→10)は、炭酸塩(1)の反応を呈する。

(4) リン酸塩を含む本品の水溶液(1→10)に硝酸(1→10)を加えて酸性とした液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 本品 10 g を量り、水を加えて溶かして 200 ~~mL~~ mL とした液を A 液とする。

(1) 溶状 わずかに微濁

A 液 20 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。

(2) 水酸化アルカリ A 液 40 ~~mL~~ mL を量り、~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液(3→25) 50 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、激しく振り混ぜた後、ろ過する。このろ液 50 ~~mL~~ mL を量り、0.1 mol/L 塩酸 3 滴及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液は、~~紅赤~~ 色を呈さない。

(3) 塩化物 Cl として 0.35% 以下 (A 液 1.0 ~~mL~~ mL, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 ~~mL~~ mL)

(4) ケイ酸塩 A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、生じた ~~紅赤~~ 色が消えるまで塩酸(1→4)を加えた後、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、液が ~~紅赤~~ 色を呈するときは、~~紅赤~~ 色が消えるまで更に塩酸(1→4)を加える。この液にメチレンブルー試液 1 滴及び塩化アンモニウム飽和溶液 10 ~~mL~~ mL を加えて 2 時間放置するとき、有色の沈殿又は有色の混濁を生じない。

(5) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下

A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、塩酸(1→4) 3 ~~mL~~ mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、その残留物を酢酸(1→20) 2 ~~mL~~ mL 及び水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 ~~mL~~ mL を量り、酢酸(1→20) 2 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 50 ~~mL~~ mL とする。

(6) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

液状かんすい

性状 本品は、無色澄明な液体である。

確認試験 「固形かんすい」の確認試験(1)から(4)を準用する。

比重 $d_{20}^{20} = 1.20 \sim 1.33$

純度試験

~~(1) 比重 1.20～1.33~~

~~(2) 本品の比重によって、表 1 に示す量の本品を量り、水を加えて 200 ~~mL~~ mL とした液を B 液とし、次の試験を行う。~~

(i) 水酸化アルカリ B 液 40 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(2)を準用する。

(ii) 塩化物 固形分に対し Cl として 0.35% 以下 (B 液 1.0 mL, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL)
~~B 液 1.0 mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(3)を準用する。~~

(iii) ケイ酸塩 B 液 10 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(4)を準用する。

(iv) 重金属 Pb として 40 µg/g 固形分以下

B 液 10 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(5)を準用する。

(v) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 固形分以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

B液 10~~mL~~mL を量り，~~以下「固形かんすい」の純度試験(6)を準用する。~~検液とする。

表 1

比重	試料の採取量 (mL <u>mL</u>)	比重	試料の採取量 (mL <u>mL</u>)	比重	試料の採取量 (mL <u>mL</u>)
1.20	39.8	1.25	31.0	1.30	25.4
1.21	37.6	1.26	29.8	1.31	24.4
1.22	35.6	1.27	28.6	1.32	23.6
1.23	34.0	1.28	27.4	1.33	22.8
1.24	32.4	1.29	26.4		

希釈粉末かんすい

性 状 本品は、白～淡黄色の均等な粉末である。

確認試験 (1) 本品 1 g にヨウ素試液 1 滴を加えるとき、紫色を呈する。

(2) 本品 10 g に水 50~~mL~~mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、このろ液について「固形かんすい」の確認試験(1)から(4)を準用する。

比 重 本品 60 g を量り，水を加えて 200mL とし，よく振り混ぜた後，ろ過した液の比重は， $d_{20}^{20}=1.12\sim 1.17$ である。

純度試験 ~~(1) 比重 本品 60 g を量り，水を加えて 200mL とし，よく振り混ぜた後，ろ過した液の比重は，1.12～1.17 である。~~

~~(2)~~ (1) 不溶性物質 2.0%以下

本品 0.50 g を量り，水酸化ナトリウム溶液 (1→100) 100~~mL~~mL を加え，15 分間煮沸し，30 分間放置するとき，沈殿を認めない。もし沈殿がある場合は，定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し，洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで水洗した後，その残留物をろ紙と共に恒量になるまで約 550℃で強熱し，その質量を量る。

~~(3)~~ (2) ~~(1) 本品~~ の比重によって，表 2 に示す量の ~~(1) 比重試験~~ のろ液を量り，水を加えて 100~~mL~~mL とした液を C 液とし，次の試験を行う。

(i) 水酸化アルカリ C 液 40~~mL~~mL を量り，以下「固形かんすい」の純度試験(2)を準用する。

(ii) 塩化物 水溶性固形分に対し Cl として 0.35% 以下 (C 液 1.0mL，比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50mL)

~~C 液 1.0mL を量り，以下「固形かんすい」の純度試験(3)を準用する。~~

(iii) ケイ酸塩 C 液 10~~mL~~mL を量り，以下「固形かんすい」の純度試験(4)を準用する。

表 2

比重	ろ液の採取量 (mL <u>mL</u>)	比重	ろ液の採取量 (mL <u>mL</u>)	比重	ろ液の採取量 (mL <u>mL</u>)
1.12	34.3	1.14	29.2	1.16	25.4
1.13	31.7	1.15	27.2	1.17	23.7

~~(4)~~ (3) 重金属 Pb として 30 μg /g 以下 (1.0 g，第 2 法，比較液 鉛標準液 (重金属試験用) 3.0~~mL~~mL)

~~(5)~~(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~2.51.9~~2.01.5 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~2.00.79~~2.01.5 g , 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) ~~ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5mLを用いる。~~

カンゾウ抽出物

Licorice Extract

カンゾウエキス

グリチルリチン

リコリス抽出物

定 義 本品は、ウラルカンゾウ (~~*Glycyrrhiza uralensis Fischer*~~*Glycyrrhiza uralensis Fisch.* ex DC.), チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin), ヨウカンゾウ (~~*Glycyrrhiza glabra*~~*Linné**Glycyrrhiza glabra* L.), 又はそれらの近縁植物の根若しくは根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものである。本品には、粗製物と精製物がある。

粗製物

含 量 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}=822.93$) 5.0%以上, 50.0%未満を含む。

性 状 本品は、黄～黒褐色の粉末, 薄片, 粒, 塊, ペースト又は液体である。

確認試験 本品 0.01～0.10 g を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 10mL に溶かし, 検液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 5 mg を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 10mL に溶かし, 対照液とする。これらの液 2 ~~μL~~ μL につき, 1-ブタノール/水/酢酸混液 (7 : 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, 暗所で紫外線 (主波長 254nm) 下で観察するとき, 検液から得た数個のスポットのうち 1 個は, 対照液から得た暗紫色のスポット (グリチルリチン酸) 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 (蛍光剤入り) を 担体とし, 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

pH 2.5～7.0 (固体試料 1.0 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0 g, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 100mL)

純度試験 (1) 不溶物 本品を乾燥し, その 5.0 g を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 100mL に溶かし, 質量既知のろ紙を用いてろ過し, ~~50%エタノール~~50vol%エタノール で洗った後, 残留物を 105°C で 5 時間乾燥するとき, その量は 1.25 g 以下である。

~~(2) 液性 pH2.5～7.0 (固体試料 1.0g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0g, 50vol%エタノール 100mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として $10\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (固体試料 2.0g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として $10\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (固体試料 0.50 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 0.50 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 5.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~(3) ヒ素 As_2O_3 として ~~2.01.5~~2.01.5 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (固体試料 1.0 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 固体試料 8.0%以下 (105°C, 2時間)

ペースト又は液体試料 60.0%以下 (105°C, 5時間)

強熱残分 15.0%以下 (固体試料又はペースト若しくは液体試料を乾燥したもの)

定量法 本品 ~~0.0440mg~~ ~ 0.4 g を精密に量り, ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール に溶かして正確に ~~100mL~~ とし, 検液とする。別にグリチルリチン酸標準品 (別途水分を測定しておく) 約 ~~0.02g~~ 20mg を精密に量り, ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール 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。検液及び標準液のグリチルリチン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式により含量を求める。

グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

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 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~6 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸 (1→50) / アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 グリチルリチン酸の保持時間が約 10 分となるように調整する。

カラム選定 グリチルリチン酸標準品 5 mg 及び ~~「パラオキシ安息香酸プロピル」~~ p-ヒドロキシ安息香酸プロピル 1 mg を ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール ~~20mL~~ に溶かす。この液 ~~20μL~~ につき, 上記の条件で試験するとき, グリチルリチン酸, ~~パラオキシ安息香酸プロピル~~ p-ヒドロキシ安息香酸プロピル の順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

精製物

含量 本品を乾燥物換算したものは, グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$ = 822.93) 50.0~80.0% を含む。

性状 本品は, 白~黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品 5~10mg を量り, 以下「粗製物」の確認試験を準用する。

pH 2.5~5.0 (1.0 g, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 100mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH2.5~5.0 (1.0 g, 50vol%エタノール100ml)~~

~~(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(1) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 比較液 鉛標準液5.0mL, フレーム方式)

~~(2) (2) ヒ素 As₂O₃として2.01.5 μ g/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

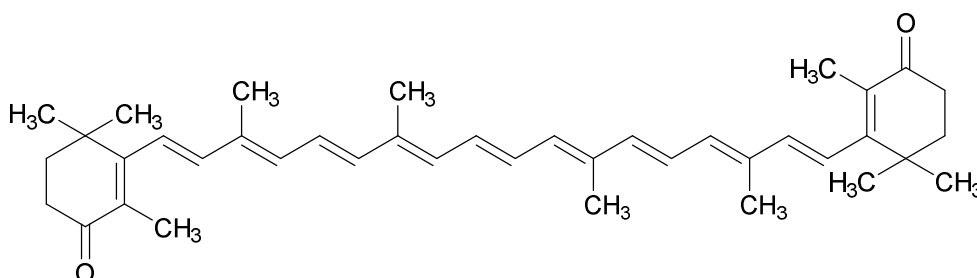
乾燥減量 8.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 15.0%以下

定量法 本品 ~~0.0220~~ ~ ~~0.04g~~ 40mg を精密に量り, 以下「粗製物」の定量法を準用する。

カンタキサンチン (2015年2月20日告示)

Canthaxanthin



$C_{40}H_{52}O_2$

分子量 564.84

β, β -Carotene-4,4'-dione [514-78-3]

含量 本品は、カンタキサンチン ($C_{40}H_{52}O_2$) 96.0%以上を含む。

性状 本品は、暗紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品のアセトン溶液 (1→25,000) は、だいたい色を呈する。この液 5 mL に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 1 mL, 続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を加えるとき、直ちに脱色される。

(2) 本品のシクロヘキサン溶液 (1→400,000) は、波長 470nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 2.0 μ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 2.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸 1 mL を加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸 (1→4) 1 mL 及び硝酸 1 mL で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL としたものを比較液とする。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。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 μ g/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 副成色素 5%以下

本品 0.020 g (20 mg) を量り、ジクロロメタン 25 mL に溶かし、検液とする。検液 400 μ L を量り、薄層板の原線上に幅約 3 mm の帯状になるように付け、対照液を用いず、ジクロロメタン/ジエチルエーテル混液 (95:5) 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 15 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。その後、主成分である一番色の

濃い部分を削り取り、栓付遠心管に入れ、ジクロロメタン 40mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液 10mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とし、A 液とする。次に、薄層板上の残りの着色部分の担体を削り取り、別の栓付遠心管に入れ、ジクロロメタン 20mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を B 液とする。A 液及び B 液につき、ジクロロメタンを対照として波長 485nm における吸光度 (A_A 及び A_B) を測定し、次式により副成色素の量を求める。ただし、操作は、光を避け、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°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

$$\text{副成色素の量 (\%)} = \frac{A_B}{A_A \times 10 + A_B} \times 100$$

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、クロロホルム 10mL を加えて溶かし、シクロヘキサンを加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100mL とし、検液とする。検液につき、シクロヘキサンを対照として波長 470nm 付近の極大吸収部における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{カンタキサンチン (C}_{40}\text{H}_{52}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2-200} \times 100$$

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

カンデリラロウ

Candelilla Wax

カンデリラワックス

キャンデリラロウ

キャンデリラワックス

定義 本品は、カンデリラ (~~*Euphorbia antisyphilitica* Zuccarini~~ 又は ~~*Euphorbia corifera* Alcocer~~ *Euphorbia antisyphilitica* Zucc. (*Euphorbia corifera* Alcocer)) の茎から得られた、ヘントリアコンタンを主成分とするものである。

性状 本品は、淡黄～褐色の固体で、光沢があり、加熱するとき、芳香を發する。

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し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 68～73°C

けん化価 43～65

本品約 1 g を精密に量り、エタノール (95) / キシレン混液 (5 : 3) 50mL 及び 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 1 時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

純度試験 (1) ~~融点 68～73°C~~

~~(2)~~(1) 酸価 12~22

本品約 3 g を精密に量り、エタノール (95) / キシレン混液 (5 : 3) 80 mL 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、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

~~(3) けん化価 43~65~~

~~「カルナウバロウ」の純度試験(3)を準用する。~~

(4)(2) エステル価 31~43 (油脂類試験法)

~~(5) 重金属 Pb として 40 µg / g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)~~

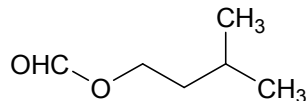
(6)(3) 鉛 Pb として 10.2 µg / g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(7)~~(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 µg / g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下

ギ酸イソアミル

Isoamyl Formate



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

3-Methylbutyl formate [110-45-2]

含 量 本品は、ギ酸イソアミル ($C_6H_{12}O_2$) 95.092.0% 以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.396 \sim 1.400$

比 重 $d_{25}^{25} = 0.876 \sim 0.884$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.396 \sim 1.399$~~

~~(2) 比重 0.880 ~ 0.886~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 4.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定する。~~

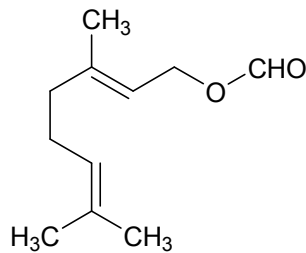
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

~~ギ酸イソアミル ($C_6H_{12}O_2$) の含量 = ((けん化価 - 酸価) / 561.1) × 116.2 (%)~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

ギ酸ゲラニル

Geranyl Formate



$C_{11}H_{18}O_2$

分子量 182.26

(2E)-3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-yl formate [105-86-2]

含量 本品は、ギ酸ゲラニル ($C_{11}H_{18}O_2$) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 ~~mL~~ に ~~エタノール製 10%水酸化カリウム試液 10w/v %水酸化カリウム・エタノール試液 10mL~~ を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱するとき、特有のにおいとはなくなり、ゲラニオールのおいを発する。

(2) 本品 1 ~~mL~~ に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10 ~~mL~~ を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱した後静置する。下層の水溶液 1 ~~mL~~ に塩酸 (1→4) 1.5 ~~mL~~ を加え、更に ~~マグネシウム末~~ マグネシウム粉末 0.02g 20mg を数回にわけて加える。泡の発生がなくなった後、硫酸 (3→5) 3 ~~mL~~ 及び ~~タロモトローブ酸クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 0.010g 10mg~~ を加えて振り混ぜ、温湯中で 10 分間加温するとき、液は、紅赤紫色を呈する。

屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.466$

比重 $d_{20}^{20} = 0.909 \sim 0.917$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.466$~~

~~(2) 比重 $0.909 \sim 0.917$~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定する。

~~(2) (2) 溶状 澄明 (1.0 ~~mL~~, 80vol%エタノール 3.0 ~~mL~~)~~

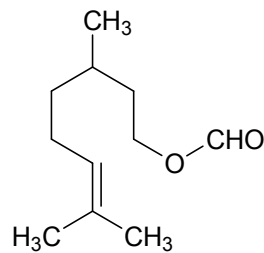
~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定する。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{ギ酸ゲラニル (C}_{11}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{けん化価} - \text{酸価}}{561.1} \times 182.3 \text{ ~~(\%)~~}$$

ギ酸シトロネリル

Citronellyl Formate



$C_{11}H_{20}O_2$

分子量 184.28

3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl formate [105-85-1]

含量 本品は、ギ酸シトロネリル ($C_{11}H_{20}O_2$) ~~86.0~~90.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、シトロネロールのにおいを発する。~~

~~(2) 「ギ酸ゲラニル」の確認試験(2)を準用する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.443\sim 1.452$

比重 $d_{25}^{25}=0.890\sim 0.903$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.444\sim 1.450$~~

~~(2) 比重 $0.891\sim 0.900$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール 3.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定する。~~

定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。~~

~~ギ酸シトロネリル ($C_{11}H_{20}O_2$) の含量 = ((けん化価 - 酸価) / 561.1) × 184.3 (%)~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

キサントタンガム

Xanthan Gum

キサントタン多糖類

ザンサンガム

[11138-66-2]

定義 本品は、キサントモナス属細菌 (*Xanthomonas campestris* に限る。) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

含量 本品を乾燥したものは、キサントタンガム 72.0~108.0%含む。

性状 本品は、白~類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 あらかじめ水 300ml を 80℃まで加熱し、500ml のビーカーの中でかくはん機により高

速でかくはんしながら、本品 1.5 g 及びカロブビーンガム 1.5 g の粉末を混合したものを添加する。混合物が溶解するまで 60°C 以上でかくはんした後、30 分間以上 60°C 以上でかくはんを続ける。かくはん後、室温になるまで 2 時間放置する。その後、4°C 以下まで混合物を冷却するとき、弾力性のあるゲルが形成されるが、カロブビーンガムを添加せずに、対照として同様に調製した 1% 溶液では弾力性のあるゲルが形成されない。

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

(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 µg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) 2-プロパノール 0.05% 以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(9)~~ (7) を準用する。

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL, 数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 mL 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 ~ 3 mL の留出速度で、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール 溶液 (1 → 1,000) とする。別に 2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準溶液 8 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 15.0% 以下 (105°C, 2.5 時間)

灰分 16.0% 以下 (105°C, 4 時間乾燥後)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下~~ 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下 である。また、大腸菌及び

サルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定量法 あらかじめガラスろ過器（1 G 4）を 80℃で 30 分間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。乾燥した本品約 0.5 g を精密に量り、水酸化カリウム溶液（1→25）10mL を加えて溶かし、水 90mL を加える。この液に塩酸（1→3）15mL 及び無水エタノールエタノール（99.5）を 300mL を加えてよくかき混ぜた後、2 時間放置し、毎分 4,000 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、更に無水エタノールエタノール（99.5）を加え、以下同様の操作を上澄液が塩化物の反応を呈さなくなるまで繰り返す。得られた沈殿を無水エタノールエタノール（99.5）を用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物をアセトンで洗った後、80℃で 1.5 時間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

残留物の質量（g）

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

希釈過酸化ベンゾイル

Diluted Benzoyl Peroxide

[94-36-0, 過酸化ベンゾイル]

定義 本品は、過酸化ベンゾイルを「ミョウバン」、「リン酸のカルシウム塩類」、「硫酸カルシウム」、「炭酸カルシウム」、「炭酸マグネシウム」及びデンプンのうち 1 種以上のもので希釈したものである。

含量 本品は、過酸化ベンゾイル（C₁₄H₁₀O₄ = 242.23）19.0～22.0% を含む。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 本品 0.2 g を試験管に入れ、クロロホルム 7 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、試験管の底に白色の不溶物が残る。更に 4, 4'-ジアミノジフェニルアミン試液 2.0 mL を加えるとき、液及び不溶物は、青緑色を呈する。

pH 6.0～9.0

本品 3.0 g を量り、水 30mL を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

純度試験 (1) 粉末度 本品 5.0 g を量り、乾燥した標準網ふるい 53µm に入れ、2 分間強く上下左右に振り、時々受皿の底をたたく。次に 1 分間放置して微粉末を沈着させた後、ふるい上の残留物を量るとき、1.0 g 以下である。

(2) 延焼状態 本品 1.0 g を量り、ガラス板上に置き、高さ 3 mm、幅 10 mm とし、一端に点火するとき、他端まで延焼しない。

(3) 塩酸不溶物 本品 0.20 g を量り、塩酸（1→4）10 mL を加えてよく振り混ぜ、徐々に加熱して約 1 分間煮沸する。冷後、この液にジエチルエーテル約 8 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、両液層は、いずれも澄明で、接界面に著明な浮遊物を認めない。

~~(4) 液性 pH6.0～9.0~~

~~本品 3.0 g を量り、水 30ml を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。~~

~~(5)(4) アンモニウム塩 本品 0.20 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 3 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは、水で潤した赤色リトマス紙リトマス紙 (赤色) を青変しない。~~

~~(6) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 7ml 及び水 10ml を加え、よく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、冷後、水を加えて 50ml とし、ろ過する。ろ液 25ml を量り、アンモニア試液で pH4.0~4.5 とした後、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 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(7)(6) バリウム 本品 2.0 g を量り、硝酸 (1→10) 15 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 40 mL とする。この液をアンモニア試液で pH2.4~2.8 とした後、水を加えて 50 mL とし、硫酸 (1→20) 1 mL を加えて 10 分間放置するとき、濁らない。~~

~~(8)(7) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~本品 0.50 g を量り、に塩酸 (1→4) 5 mL を加えて穏やかに加熱し、速やかに氷水中で冷却した後ろ過し、残留物を水 15 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 40 mL とする。この液 20 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。ただし、アンモニア水又はアンモニア試液で中和する操作は行わない。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 50 mL を加えて振り混ぜる。この液にクエン酸一水和物・メタノール溶液 (1→10) 0.5 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→2) 2 mL を加え、直ちに密栓し、時々振り混ぜながら暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/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 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 12.11 mg C₁₄H₁₀O₄

キシラナーゼ

Xylanase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Disporotrichum dimorphosporum*, *Humicola insolens*, *Rasamsonia emersonii*, *Trichoderma koningii*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*に限る。) 又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。) の培養物より得られた、キシランを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、キシラナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B）

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

キシラナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 0.50 gを量り、pH4.5の酢酸緩衝液（0.01mol/L）又は水を加えて溶解又は均一に分散し5 mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて10倍、100倍、1000倍、10000倍、若しくは100000倍に希釈したものを試料液とする。

キシラン又はアラビノキシラン4.0 gを量り、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）50mLにかくはんしながら徐々に加えて溶かした後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液2滴を加える。この液を塩酸試液（1 mol/L）で中和した後、酢酸緩衝液（pH4.5）100mLを加え、水を加えて200mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液2 mLを量り、40°Cで5分間加温し、試料液1 mLを加えてよく振り混ぜ、40°Cで30分間加温した後、硫酸（3→50）0.5mLを加えてよく振り混ぜる。この液を10分間放置した後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液1滴を加え、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で中和し、水を加えて5 mLとした後、銅試液（キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用）5 mLを加えてよく振り混ぜる。試験管に軽く栓をして、時々振り混ぜながら20分間水浴中で加熱した後、20～30°Cに急冷する。冷後、この液にヨウ化カリウム溶液（1→40）2 mLを加えて振り混ぜ、更に硫酸（3→50）1.5mLを加え直ちに激しく振り混ぜ、液が澄明になったとき、検液とする。別に試験管に基質溶液2 mLを量り、硫酸（3→50）0.5mLを加えて振り混ぜた後、試料液1 mLを加えてよく振り混ぜる。この液にフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液1滴を加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液でそれぞれ滴定し、液が微黄色になったとき、デンプン試液1 mLを加え、青色が消えるまで滴定を続けるとき、検液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

第2法

本品 0.50 gを量り、pH4.7の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.025mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

試料液1 mLを量り、40°Cで5分間加温した後、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン100mgを加えて40°Cで10分間静置した後、2 w/v% 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルー1, 3-プロパンジオール溶液10mLを加えて直ちにかくはんする。この液を室温で5分間放置した後、かくはんしてろ紙でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液1 mLを量り、2 w/v% 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルー1, 3-プロパンジオール溶液10mLを加えてよく振り混ぜ、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン100mgを加えて10分間放置した後、ろ紙でろ過し、比較液とする。

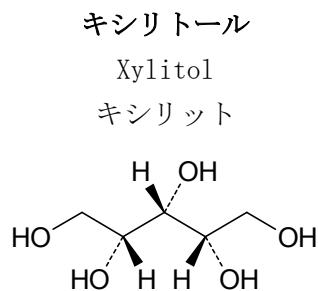
検液及び比較液につき、波長 590nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

第3法

「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第1法を準用する。

第4法

「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第2法を準用する。



$C_5H_{12}O_5$

分子量 152.15

Meso-Xylitol [87-99-0]

含量 本品を無水物換算したものは、キシリトール ($C_5H_{12}O_5$) 98.5~~~101.0~~%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品 5 g に塩酸/~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液混液 (1 : 1) 10~~mL~~を加えて溶かし、50°C で 2 時間加温した後、エタノール (95) 25~~mL~~を加えるとき、結晶を析出する。この結晶をろ取し、水 10~~mL~~を加え、加温して溶かし、エタノール (95) 50~~mL~~を加える。析出した結晶をろ取し、エタノール (95) を用いて 2 回再結晶し、105°C で 2 時間乾燥するとき、その融点は、195~201°C である。

(2) 本品を減圧下、酸化リン (V) デシケータ中で 24 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し、本品のスペクトルをキシリトール標準品のスペクトル又は参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 92~96°C

pH 5.0~7.0 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 ~~(1) 融点 92~96°C~~

~~(2)~~ (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 2.0~~mL~~)

~~(3) 液性 pH5.0~7.0 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(5)~~ (2) 鉛 Pb として ~~1.0~~ 1 μ g/g 以下 (10.0~~4.0~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(7)~~ (4) ニッケル Ni として 2.0 μ g/g 以下

本品 50.0 g を量り、水/~~希酢酸~~酢酸試液 (1 mol/L) 混液 (1 : 1) を加えて溶かして 500~~mL~~とし、これを A 液とする。A 液 100~~mL~~を分液漏斗に分取し、~~1w/v%~~ピロリジンジチオカルバミ

ン酸アンモニウム溶液 (1→100) 2.0 mL 及び ~~メチルイソブチルケトン~~ 4-メチル-2-ペンタノン 10 mL を加えて振り混ぜ、~~メチルイソブチルケトン~~ 4-メチル-2-ペンタノン層をとり、検液とする。別にA液 100 mL ずつを3本の分液漏斗に分取し、ニッケル標準液 0.5, 1.0 及び 1.5 mL をそれぞれ加え、以下検液の 場合調製 と同様に操作し、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光度法（フレイム方式）により試験を行い、標準添加法を用いて検液のニッケル含量を求める。

操作条件

光源ランプ ニッケル中空陰極ランプ

分析線波長 232.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

~~(9)~~ (5) 他の糖アルコール 1.0%以下

L-アラビトール、ガラクトール、~~D-マンニトール~~ D (-) -マンニトール及びD-ソルビトールについて定量法を準用して、これらの含量 (%) を計算し、その合計を他の糖アルコールの含量 (%) とする。ただし、比較液の調製にあつては、それぞれ約 ~~0.01g~~ 10mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。

~~(9)~~ (6) 還元糖 D-グルコースとして 0.2%以下

本品 1.0 g を量り、フラスコに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。上澄液はガラスろ過器（1 G 4）でろ過する。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加え、洗浄し、先のガラスろ過器でろ過し、洗液を捨てる。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返す。次にフラスコ内の沈殿に直ちに 硫酸第二鉄硫酸鉄(III) 試液 20 mL を加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.6 mL を加えるとき、液の 紅赤 色は直ちに消えない。

水分 0.50%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に量って加え、約 60℃の水浴中で減圧下に濃縮し、乾固する。これに 無水ピリジン ピリジン(無水) 1.0 mL 及び無水酢酸 1.0 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で1時間加熱し、冷後、検液とする。ただし、内標準溶液は、エリスリトール meso-エリトリトール 約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 25 mL とする。別にキシリトール標準品約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、以下検液の 場合調製 と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの液の エリスリトール エリトリトール 誘導体のピーク面積に対するキシリトール誘導体のピーク面積比、 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。更に無水物換算を行う。

キシリトール ($C_5H_{12}O_5$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{キシリトール標準品の採取量 (g)} \times 10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

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~~ 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 14%シアノプロピルフェニル 86%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。

カラム温度 180°Cで2分間保持し, ~~その後,~~ 毎分 10°Cで 220°Cまで 昇温し, ~~220°Cに到達後,~~ を 15分間保持する。

注入口温度 250°C

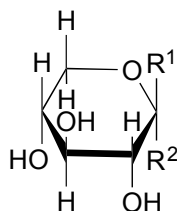
注入方式 スプリット (20 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ~~エリスリトール~~ エリトリトール 誘導体のピークが約6分後に現れるように調整する。

D-キシロース

D-Xylose



α -D-キシロピラノース : $R^1 = H, R^2 = OH$

β -D-キシロピラノース : $R^1 = OH, R^2 = H$

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13

D-Xylopyranose [58-86-6]

含量 本品を乾燥したものは, D-キシロース ($C_5H_{10}O_5$) 98.0~~~101.0%~~ 以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においがなく, 甘味がある。

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

(2) 本品 1 g に新たに煮沸し冷却した水 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は, 右旋性である。

(3) 本品 1 g に水 3 ~~mL~~ mL を加え, 温めて溶かし, 塩酸 (1 \rightarrow 4) /ジフェニルアミン・エタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 40) 混液 (5 : 2) 3 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で5分間加熱するとき, 液は, 黄~淡だいたい色を呈する。

(4) 本品 0.5 g に水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, ~~塩酸フェニルヒドラジン~~ 塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液 30 ~~mL~~ mL 及び酢酸 (1 \rightarrow 20) 10 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で約2時間加熱し, 生じた沈殿を水から再結晶するとき, その融点は, 160~163°Cである。

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (4.0 g, 水 20 ~~mL~~ mL)

(2) 遊離酸 本品 1.0 g を量り, 新たに煮沸し冷却した水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, フェノールフタレイン試液 1滴を加え, 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液 1滴を加えるとき, 液は, ~~紅赤色~~ を 呈する。

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.005%以下

本品 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、検液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.10 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(4) 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, フレーム方式)

(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(6) 他の糖類 本品 0.5 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とし、検液とする。検液 0.1 mL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/ピリジン/水混液 (6 : 4 : 3) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つの紅赤色スポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を用い、展開溶媒の先端が検液を付けた点から約 15 cm に達したとき展開をやめ、先端の位置に印をつける。ろ紙を風乾した後、再び同じ展開溶媒で展開し、展開溶媒が前の印のところに達したとき展開をやめる。更に同様の操作を 1 回繰り返した後、呈色液を噴霧し、100~125°C で 5 分間乾燥した後、自然光下で上方から観察する。呈色液は、アニリン 0.93 g 及び無水フタル酸無水物 1.66 g を量り、水を飽和した 1-ブタノール 100 mL を加えて溶かして調製する。

乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

強熱残分 0.05% 以下 (5 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、チオ硫酸ナトリウム五水和物溶液 (1 → 400) 50 mL を正確に量って加え、更に硫酸 1 mL を加えて水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5 g を加え、よく振り混ぜた後、冷暗所に 15 分間放置し、0.1 mol/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 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 1.877 mg C₅H₁₀O₅

キチナーゼ

Chitinase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma reesei*に限る。)、放線菌 (*Amycolatopsis orientalis*, *Streptomyces*属に限る。) 若しくは細菌 (*Aeromonas*属, *Paenibacillus taichungensis*に限る。) の培養物より得られた、キチン質を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、キチナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ーただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1 → 100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

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、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

キチナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

エチレングリコールキチン 0.50 gを量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 0.5mL を量り、37°Cで 5 分間加温した後、試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°Cで 2 時間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.65mL を加え直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加温する。冷後、水 8.8mL を加え、検液とする。別に試験管に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.65mL を量り、基質溶液 0.5mL 及び試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加温する。冷後、水 8.8mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル 2-アセトアミド-2-デオキシ-β-D-グルコピラノシド 17mg を量り、水を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1.5mL 及びリン酸二水素カリウム試液 (0.02mol/L) 0.4mL を量り、37°Cで 5 分加温した後、試料液 0.1mL を加えて振り混ぜ、37°Cで 10 分間加温する。冷後、この液に 5% トリクロロ酢酸溶液 0.1mL を加えて振り混ぜ、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.2mol/L) 2.8mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水 0.1mL を用いて以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 400nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のトリス緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニルジ-N-アセチル-β-キトビオシド 55mg を量り、pH7.0 のトリス緩衝液

(0.05mol/L)を加えて溶かし100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液1.4mLを量り、37℃で5分加温した後、試料液0.1mLを加えて振り混ぜる。この液を37℃で30分間加温した後、炭酸ナトリウム試液(0.2mol/L)1.5mLを加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水0.1mLを用いて以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長405nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

キトサナーゼ

Chitosanase

定 義 本品は、糸状菌(*Aspergillus niger*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*, *Verticillium* 属に限る。), 放線菌(*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。)又は細菌(*Aeromonas*属, *Bacillus*属に限る。)の培養物より得られた、キトサンを加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、キトサナーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

キトサナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0gを量り、水を加えて溶かし100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

キトサン0.50gを量り、酢酸試液(0.75mol/L)90mLに加えてかくはんして溶かし、水酸化ナトリウム試液(10mol/L)でpH5.6に調整し、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液0.5mLを量り、40℃で5分間加温した後、あらかじめ40℃で10分間加温した試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、40℃で10分間加温した後、アセチルアセトン試液1mLを加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール(99.5)3mLを加えて振り混ぜ、エールリッヒ試液1mLを加えて振り混ぜ、直ちに67℃の水浴中で10分間加温

する。冷後、この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別に試験管に基質溶液0.5mLを量り、アセチルアセトン試液1 mLを加えて振り混ぜた後、試料液0.5mLを加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で20分間加熱する。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長530nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

キラヤ抽出物

Quillaia Extract

Quillaja Extract

キラヤサポニン

定義 本品は、キラヤ (*Quillaja saponaria* Molina) の樹皮から得られた、サポニンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、部分加水分解サポニン 30.0%以上を含む。

性状 本品は、赤淡褐色の粉末又は褐色の液体で、特異な刺激性の味がある。

確認試験 (1) 粉末試料 1.0 g に等量の水を加え、室温でかくはんするとき、わずかに懸濁して溶ける。

(2) 粉末試料 0.50 g 又は液状試料を乾燥したもの 0.50 g を、水 20 mL に溶かす。この液 2 ~~μL~~ mL を量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール (95) /水/酢酸混液 (30 : 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、展開溶媒の先端が約 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、~~p~~ p-アニスアルデヒド・硫酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を均等に噴霧し、110°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値が 0.1~0.5 付近に帯状に連続する紫褐色のスポットが 4 個検出される。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担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

pH 4.5~5.5 (粉末試料 4.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 4.0 g, 水 100mL)

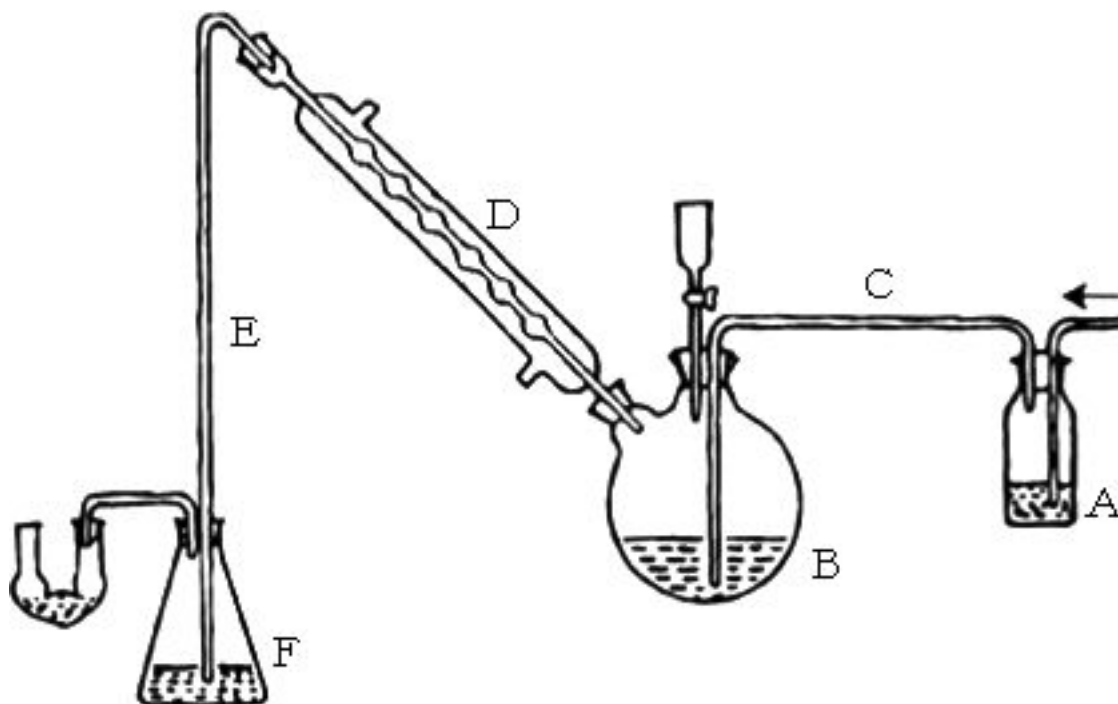
純度試験 ~~(1) 液性 pH4.5~5.5 (粉末試料 4.0g 又は液状試料を乾燥したもの 4.0g, 水 100mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 2 μg/g 以下 (粉末試料 2.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As₂O₃ として ~~2.6~~ 2 μg/g 以下 (粉末試料 0.75 g 又は液状試料を乾燥したもの 0.75 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) 二酸化硫黄 30μg/g 以下

(i) 装置 概略は、次の図による。



- A : ガス洗浄器
 B : 丸底フラスコ
 C : ガス導入管
 D : 還流冷却器
 E : ガラス製ジョイント
 F : 吸収用フラスコ

(ii) 操作法

本品約 100 g を精密に量り、 $1,000\text{ mL}$ の丸底フラスコ B に入れ、メタノール 500 mL を加え懸濁させる。次にガス導入管 C をフラスコのほぼ底まで届くように付け、フラスコ B の首部に還流冷却器 D を付ける。あらかじめメチルレッド試液で中性を確認した過酸化水素試液 10 mL を吸収用フラスコ F に入れ、ガラス製ジョイント E を接続する。ガス導入管 C より二酸化炭素又は窒素を一定流量で流し、装置内の空気が流し出されたら、直ちに塩酸 (1→3) 30 mL を丸底フラスコ B に加え、還流冷却器 D にガラス製ジョイント E を接続する。メタノールが還流し始めるまでゆっくりと加熱した後、穏やかに 2 時間加熱し、吸収用フラスコ F をはずし、 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド試液 3 滴)。

0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 $1\text{ mL} = 0.3203\text{ mg SO}_2$

水分 粉末試料 6.0% 以下 (1.0 g , 容量滴定法, 直接滴定)

乾燥減量 液体試料 50.1~70.0% (1.0 g , 105°C , 5 時間)

強熱残分 10.0% 以下 (粉末試料 1.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 1.0 g)

定量法 粉末試料約 2 g 又は液状試料を乾燥したもの約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、~~2% 水酸化カリウム溶液~~ 水酸化カリウム溶液 (1→50) 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 2 時間加熱する。冷後、エタノール (95) 25 mL を加えて溶かし、リン酸 0.5 mL を加えた後、更に水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に定量用部分加水分解サポニン を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 ~~0.02g~~ 20mg を精密に量り、50vol%

エタノールを加えて溶かし、正確に 50 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。検液及び標準液 20 ~~μL~~ μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の部分加水分解サポニンのピーク面積 A_{T1} 及び類縁体サポニン（部分加水分解サポニンに対する相対保持時間が約 0.95）のピーク面積 A_{T2} 並びに標準液の部分加水分解サポニンのピーク面積 A_S を測定する。

$$= \frac{\text{部分加水分解サポニンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{(A_{T1} + A_{T2}) \times 10}{A_S} \times 100 \text{ ~~(\%)~~ }$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 210nm）

カラム充 ~~てん~~ 填剤 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 4～6 mm，長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 0.1%リン酸／アセトニトリル混液（13：7）

流量 部分加水分解サポニンの保持時間が約 10 分となるように調整する。

グァーガム

Guar Gum

グァーフラワー

グァルガム

定義 本品は、グァー (~~*Cyamopsis tetragonolobus* Taubert~~ *Cyamopsis tetragonoloba* (L.) Taub.) 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，乳糖又はデキストリンを含むことがある。

性状 本品は、白～わずかに黄褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

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 100 ~~mL~~ mL を水浴上で約 10 分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前とほとんど変わらない。

(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) たん白質 7.0%以下 本品約 0.15 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ mL = 0.8754mg たん白質

(2) 酸不溶物 7.0%以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(5)~~ (4) を準用する。

(3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g，第 1 法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレイム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g，第 3 法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置 B)

(5) デンプン 「カロブビーンガム」の純度試験(5)を準用する。

(6) 2-プロパノール 1.0%以下 「カロブビーンガム」の純度試験(6)を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (105℃，5 時間)

灰分 1.5%以下 (800℃，3～4 時間)

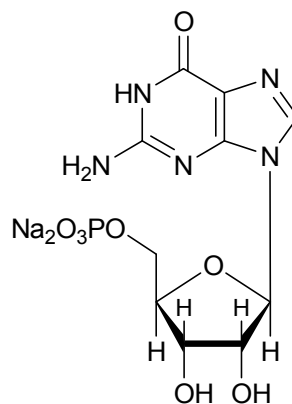
微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g に

つき、~~細菌数は10,000以下~~生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品1gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液200mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品1gをラウリル硫酸ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品1gを乳糖ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

5´-グアニル酸二ナトリウム

Disodium 5´-Guanylate

5´-グアニル酸ナトリウム



C₁₀H₁₂N₅Na₂O₈P

分子量 407.18

Disodium guanosine 5´-monophosphate [5550-12-9]

含量 本品を乾燥したものは、5´-グアニル酸二ナトリウム (C₁₀H₁₂N₅Na₂O₈P) 97.0～102.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 ~~mL~~ mL に ~~オルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ オルシノール・エタノール試液 0.2 ~~mL~~ mL を加え、更に ~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で10分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL にマグネシア試液 2 ~~mL~~ mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7 ~~mL~~ mL を加え、10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

(3) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、波長 254～258nm に極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0～8.5 (1.0g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.10g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 液性 pH7.0～8.5 (1.0g, 水 20ml)~~

~~(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)~~

(2) 鉛 Pbとして1 μ g/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~ 3 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ 吸光度比 本品 ~~0.020 g~~ 20mgを量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして 1,000mLとする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nmにおける吸光度 A₁, A₂ 及び A₃を測定するとき, A₁/A₂は 0.95~1.03, A₃/A₂は 0.63~0.71 である。

~~(6)(5)~~ 他の核酸分解物 「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験 ~~(6)(5)~~を準用する。

乾燥減量 25.0%以下 (120°C, 4時間)

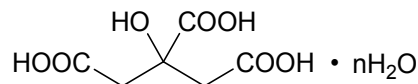
定量法 本品約 0.5 gを精密に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして正確に 1,000mLとする。この液 10mLを正確に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて正確に 250mLとし, 検液とする。波長 260nmにおける検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

~~5'-グアニル酸二ナトリウム (C₁₀H₁₂N₅Na₂O₈P)の含量 = (250/乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × (A/289.8) × 100 (%)~~

$$\text{5'-グアニル酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)} \\ = \frac{250}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{289.8} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

クエン酸

Citric Acid



n = 1 又は 0

C₆H₈O₇ · nH₂O (n=1 又は 0)

分子量 1水和物 210.14
無水物 192.12

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate [5949-29-1]

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid [77-92-9]

定義 本品には結晶物 (1水和物) 及び無水物があり, それぞれをクエン酸 (結晶) 及びクエン酸 (無水) と称する。

含量 本品を無水物換算したものは, クエン酸 (C₆H₈O₇) 99.5%以上を含む。

性状 本品は, 無色透明の結晶, 粒若しくは塊又は白色の粉末で, においがなく, 強い酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は, 酸性である。

(2) 本品は, クエン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO₄として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50mL)

~~(2) 重金属 Pbとして 10 μ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして 0.5 μ g/g以下 (8.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) カルシウム 本品 1.0 gを量り, 水 10mLを加えて溶かし, アンモニア試液を加えて中和し

た後、~~シュウ酸アンモニウム~~、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→30）1 mLを加えるとき、濁らない。

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 μg/g 以下（0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B）

(5) シュウ酸塩 本品 1.0 g を量り、水 10 mL を加えて溶かし、塩化カルシウム 二水和物 溶液（2→25）2 mL を加えるとき、濁らない。

(6) イソクエン酸 本品 0.5 g を量り、105°C で3時間加熱し、冷後、アセトン 10 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 5 μL を量り、対照液を用いず、ろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外に他のスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用2号を用い、展開溶媒が約25cm上昇したとき展開をやめ、十分に風乾した後、クエン酸用ブロモフェノールブルー試液を噴霧する。なお、展開溶媒は、1-ブタノール/ギ酸/水混液（8：3：2）を一夜静置した後、その上層を用いる。

~~(7) 多環芳香族炭化水素 本品 25 g を量り、水 30 mL を加え、約 50°C に加温して溶かす。冷後、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 20 mL ずつで3回抽出を行い、それぞれ毎分 2,500～3,000 回転で約 10 分間遠心分離する。全ヘキサン層を合わせ、ヘキサンを留去して 1～2 mL となるまで濃縮する。冷後、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて 10 mL とし、検液とする。検液につき 260～350 nm の波長範囲の吸光度を測定するとき、0.05 以下である。ただし、対照液には試料を除いて同様に操作した液を用いる。~~

~~(8)~~ (7) 硫酸呈色物 本品 0.5 g を量り、硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え、90±1°C で1時間加熱して溶かした液の色は、比色標準液Kより濃くない。

強熱残分 0.10%以下

水分 結晶物 8.8%以下（0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定）

無水物 0.5%以下（2 g, 容量滴定法, 直接滴定）

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とし、この液 25 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴）。更に無水物換算を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 6.404 mg $C_6H_8O_7$

クエン酸イソプロピル

Isopropyl Citrate

Mixture of 1-methylethyl esters of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid and glycerol esters of fatty acids

定義 本品は、クエン酸イソプロピル及びグリセリン脂肪酸エステル混合物である。

性状 本品は、無～白色の油状又はろう状の物質で、においがなく、静置するとき、結晶が析出することがある。

確認試験 ~~(1) 本品 3 g に水酸化ナトリウム溶液（1→25）50 mL を加え、1時間還流し、冷後、硫酸（1→20）で中和した液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。~~

~~(2) 本品 2 g に水酸化ナトリウム溶液（1→25）50 mL を加え、1時間還流した後、蒸留して留分 20 mL をとる。この液 5 mL を、あらかじめ酸化クロム 8 g、水 15 mL 及び硫酸 2 mL を入れた還流冷却器付フラスコに還流冷却器を通じて徐々に加え、30分間還流する。冷後、蒸留して留分 2 mL~~

~~をとり、水 3 ml 及び硫酸第二水銀試液 10 ml を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、3 分以内に白～黄色の沈殿を生じる。~~

(1) 本品 2 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 50 ml を加えて加熱、蒸留して留液 20 ml をとり、A 液とする。冷後、残留液に硫酸 (1→20) を加えて中和した液はクエン酸塩 (2) の反応を呈する。

(2) (1) の A 液を検液とする。別に 2-プロパノールの希釈液 (1→5) を調製し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液の 2-プロパノールのピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm、長さ 60 m 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 25% ジフェニル 75% ジメチルポリシロキサンを 1.40 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40℃ で 6 分間保持した後、毎分 5℃ で 110℃ まで昇温し、110℃ を 10 分間保持する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 30 μg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、ろつぼに入れ、硫酸 2 ml を加えて潤し、徐々に加熱してほとんど灰化した後、放冷する。更に硫酸 1 ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで 450～550℃ に強熱する。冷後、残留物に塩酸 2 ml 及び硝酸 0.4 ml を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1→10) 2 ml 及び水 30 ml を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、水を加えて 50 ml とし、試料液とする。試料液 25 ml を量り、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 ml に酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 10 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 ml, フレーム方式)~~

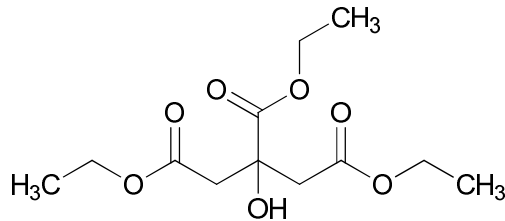
~~(1) の試料液 10 ml を量り、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 ml に水を加えて 25 ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

~~(3) (2) ヒ素 As₂O₃ として 1.3 1 μg/g 以下 (1.5 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 ml, 装置 B)~~

強熱残分 0.30% 以下

クエン酸三エチル (2015年5月19日告示)

Triethyl citrate



$C_{12}H_{20}O_7$

分子量 276.28

1,2,3-Triethyl 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [77-93-0]

含量 本品は、クエン酸三エチル ($C_{12}H_{20}O_7$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の油状の液体で、においがいいか又はわずかに特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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) **屈折率** $n_D^{20}=1.440\sim 1.444$

(2) **比重** $d_{25}^{25}=1.135\sim 1.139$

(3) **純度試験** (1) **遊離酸** クエン酸として0.02%以下

本品32.0 gを正確に量り、エタノール (95) 30 mLを加え、0.1 mol/L水酸化カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、1.0 mL以下である。ただし、エタノール (95) は、ブロモチモールブルー試液数滴を指示薬として黄緑色を呈するまで0.1 mol/L水酸化カリウム溶液を加える。

(4) (2) **鉛** Pbとして~~2.0~~ $\mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液10mL, フレーム方式)

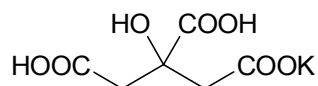
(5) (3) **ヒ素** As_2O_3 として~~4.0~~ $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.5 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

水分 0.25%以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで昇温し、230°Cに到達後、24分間保持する。

クエン酸一カリウム

Monopotassium Citrate



$C_6H_7KO_7$

分子量 230.21

Monopotassium dihydrogen 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [866-83-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは、クエン酸一カリウム ($C_6H_7KO_7$) 99.0%~~101.0%~~以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがいい。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 3.0~4.2 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) **溶状** 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2) **液性** pH3.0~4.2 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) (2) **硫酸塩** SO_4 として0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L硫酸 0.50 mL)~~

~~(4) **重金属** Pbとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(5)~~ (4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

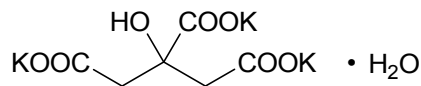
乾燥減量 0.5%以下 (105°C, 3時間)

定量法 本品約0.4gを精密に量り, 非水滴定用酢酸30~~mL~~mLを加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液1~~mL~~mL)を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1~~mL~~mL=23.02mg C₆H₇KO₇

クエン酸三カリウム

Tripotassium Citrate



C₆H₅K₃O₇ · H₂O

分子量 324.41

Tripotassium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate monohydrate ~~[866-84-2, 無水物]~~

[6100-05-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, クエン酸三カリウム (C₆H₅K₃O₇=306.39) 99.0~~~~~以上を含む。

性状 本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においが無い。

確認試験 本品は, カリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)~~

~~(3)~~ (2) 硫酸塩 SO₄として0.024%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50~~mL~~mL)

~~(4) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(5)~~ (4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

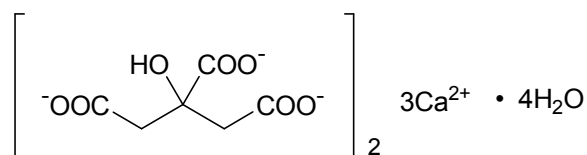
乾燥減量 6.5%以下 (200°C, 2時間)

定量法 本品約0.2gを精密に量り, 非水滴定用酢酸30~~mL~~mLを加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液1~~mL~~mL)を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1~~mL~~mL=10.21mg C₆H₅K₃O₇

クエン酸カルシウム

Calcium Citrate



$\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Ca}_3\text{O}_{14} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量 570.49

Tricalcium bis(2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate) tetrahydrate ~~〔813-94-5, 無水物〕~~
[5785-44-4]

含量 本品を乾燥したものは、クエン酸カルシウム($\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Ca}_3\text{O}_{14}$ =498.43)97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を300~400℃で1時間強熱して得た残留物は、カルシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品0.5gに水10mL及び硝酸(1→10)2.5mLを加えて溶かした液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 5.5~8.0 (5%懸濁液)

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.060%以下

本品5.0gを量り、塩酸10mL及び水50mLを加え、30分間水浴上で加熱した後、水を加えて200mLとし、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。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熱湯でよく洗った後洗い、ろ紙と共に徐々に加熱して炭化した後、300~400/450~550℃で1.3時間強熱し、その残留物の質量を量る。

~~(2) 液性 pH5.5~8.0 (5%懸濁液)~~

~~(3)(2) 塩化物 Clとして0.007%以下~~

本品1.0gを量り、硝酸(1→10)10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.01mol/L塩酸0.20mLに硝酸(1→10)6mL及び水を加えて50mLとする。

~~(4)(3) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下~~

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005mol/L硫酸0.50mLに塩酸(1→4)1mL及び水を加えて50mLとする。

~~(5) 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) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

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

~~(6)(5) ヒ素 As_2O_3 として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

本品0.50gを量り、塩酸(1→4)5mLを加え、加熱して溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 10.0~14.0% (150℃, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、塩酸（1→4）10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 50 mL 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。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 8.307 mg $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$

クエン酸第一鉄ナトリウム

Sodium Ferrous Citrate

クエン酸鉄ナトリウム

Iron(II) sodium salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

含量 本品は、鉄 (Fe=55.85) 10.0~11.0% を含む。

性状 本品は、緑白～帯緑黄色の粉末で、においがなく、弱い鉄味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→100）5 mL に塩酸（1→4）1 mL 及び新たに調製したフェリシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液（1→10）0.5 mL を加えるとき、液は、青色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→100）5 mL にアンモニア水 2 mL を加えるとき、液は、赤褐色を呈するが、沈殿は生じない。

(3) 本品 3 g を 500~600°C で 3 時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(4) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び水酸化カリウム溶液（1→25）10 mL を加え、よくかき混ぜながら 10 分間水浴中で加熱し、冷後、ろ過する。ろ液の一部をとり、酢酸（1→2）で中和し、過量の塩化カルシウム二水和物溶液（3→40）を加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき、沈殿は溶けないが、他の一部に塩酸（1→4）を加えるとき、溶ける。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 0.48% 以下

本品 0.40 g を量り、水 50 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、塩酸（1→4）1 mL 及び塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.1 g を加え、1 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL として検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸（1→4）1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(2) ~~第二鉄塩鉄(III)塩~~ 本品 2.0 g を量り、共栓フラスコに入れ、塩酸 5 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム 4 g を加え、栓をして暗所に 15 分間放置する。次にデンプン試液 2 mL を加えてよく振り混ぜるとき、着色しても、これに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1.0 mL を加えるとき、色は消える。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→2）5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸（1→2）5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次に水層をジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更に 20 mL で 1 回洗い、洗液を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴中で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸（1→2）を滴加した後、酢酸（1→20）4 mL を加えてよく振り混ぜ、水を加えて 50 mL とし、必要があればろ過し、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、~~

~~磁製皿に入れ、硫酸 1mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(3) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 6.0mL, 装置B)

本品 ~~1.0 g を量り、~~に水 10mL, 硫酸 1 mL 及び ~~亜硫酸亜硫酸水 10mL~~ を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とする。この液 5 mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。標準色は、別に、~~ヒ素標準液 4.0mL を量り、に水 10mL, 硫酸 1 mL 及び ~~亜硫酸亜硫酸水 10mL~~ を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とする。この液 5 mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。

(5) 酒石酸塩 本品 1.0 g を量り、水 5 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→15) 10 mL を加え、よくかき混ぜながら 10 分間水浴中で加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL を量り、酢酸 (1→4) で弱酸性とし、酢酸 2 mL を加えて 24 時間放置するとき、白色の結晶性の沈殿を生じない。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、硫酸 (1→20) 25 mL 及び硝酸 2 mL を加え、10 分間煮沸する。冷後、水 20 mL 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL 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 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行ない補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 5.585mg Fe

クエン酸鉄

Ferric Citrate

Iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1, 2, 3-tricarboxylic acid

含量 本品は、鉄 (Fe=55.85) 16.5~18.5% を含む。

性状 本品は、褐色の粉末又は赤褐色の透明な小葉片である。

確認試験 本品は、第二鉄塩鉄 (III) 塩 の反応及びクエン酸塩 (2) の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.48% 以下

「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験 (1) を準用する。

(3) アンモニウム塩 本品 1.0 g を量り、水 10 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→15) 5 mL を加えて煮沸するとき、アンモニアのにおいがしない。

~~(4) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験 (3) を準用する。~~

(4) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~1.0 g を量り、~~に水 5 mL, 硫酸 1 mL 及び ~~亜硫酸亜硫酸水 10mL~~ を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。~~装置 B~~

~~を用いる。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、塩酸 5 mL 及び水 30 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、ヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/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 1～3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 5.585 mg Fe

クエン酸鉄アンモニウム

Ferric Ammonium Citrate

Ammonium iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid [1185-57-5]

含量 本品は、鉄 (Fe=55.85) 14.5～21.0% を含む。

性状 本品は、緑色、赤褐色、深赤色、褐色又は帯褐黄色で、透明なりん片状結晶、粉末、粒又は塊で、においがいいか又はわずかにアンモニア臭があり、弱い鉄味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 mL を加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発し、赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) にアンモニア試液を加えるとき、黒色を呈し、沈殿を生じない。

(3) 本品の水溶液 (1→10) 10 mL に水酸化カリウム溶液 (1→15) 4 mL を加えて加熱し、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、酢酸 (1→4) を加えて微酸性とし、冷後、塩化カルシウム 二水和物 溶液 (3→40) 2 mL を加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 0.48% 以下

「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 1.0 g を量り、~~に~~水 5 mL, 硫酸 1 mL 及び 亜硫酸亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

(4) クエン酸鉄 クエン酸鉄 (III) 本品 0.10 g を量り、水 10 mL を加えて溶かし、新たに調製した ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、青色の沈殿を生じない。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水 25 mL を加えて溶かす。塩酸 5 mL 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/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 1～3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消

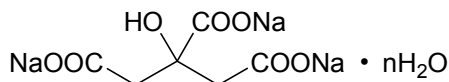
えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 5.585mg Fe

クエン酸三ナトリウム

Trisodium Citrate

クエン酸ナトリウム



n = 2 又は 0

分子量 2水和物 294.10

$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n = 2 又は 0)

無水物 258.07

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate dihydrate [6132-04-3]

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [68-04-2]

定義 本品には結晶物(2水和物)及び無水物があり,それぞれをクエン酸三ナトリウム(結晶)及びクエン酸三ナトリウム(無水)と称する。

含量 本品を乾燥したものは,クエン酸三ナトリウム($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$) 99.0~~~101.0~~以上を含む。

性状 本品は,無色の結晶又は白色の粉末で,においがなく,清涼な塩味がある。

確認試験 本品は,ナトリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色,ほとんど澄明 (1.0g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)~~

~~(3)~~ (2) 硫酸塩 SO_4 として0.024%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50~~mL~~mL)

~~(4) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As_2O_3 として~~4.0~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 結晶物 10.0~13.0% (180°C, 2時間)

無水物 1.0%以下 (180°C, 2時間)

定量法 本品を乾燥し,その約0.2gを精密に量り,非水滴定用酢酸 30~~mL~~mLを加え,加温して溶かし,冷後,0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は,通例,電位差計を用いる。指示薬(クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 ~~mL~~mL)を用いる場合の終点は,液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ~~mL~~mL = 8.602mg $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$

クチナシ青色素

Gardenia Blue

定 義 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~ ~~又は~~ ~~Gardenia jasminoides Ellis~~ Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られたイリドイド配糖体とタンパク質分解物の混合物に β-グルコシダーゼを添加して得られたものである。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 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

性 状 本品は、暗紫～青色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100 mL に溶かした液は、青～青紫色を呈する。

(2) 本品をクエン酸緩衝液 (pH7.0) に溶かした液は、波長 570~610nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 mL とし、この液 5 mL に塩酸 1~2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1~3 滴を加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 mL とし、この液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 mL を加え、40~43°C で 20 分間加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 40 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 8.0 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.25 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) メタノール 0.10% 以下 (色価 50 に換算)

本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.00 g に相当する量を 10 mL のメスフラスコに正確に量り、水を加えて溶かし、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、更に水を加えて 10 mL とし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム (500mg) にエタノール (95) 4 mL、続いて水 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1 mL の試料液を注入し、流出液を 5 mL のメスフラスコにとる。次に、水を注ぎ、流出液の総量が 5 mL になるまで青色素が溶出ししないような速さで流し、得られた流出液を検液とする。別にメタノール 0.50 g を量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、水を加えて正確に 50 mL とし、比較液とする。ただし、2-プロパノール 0.50 g を量り、水を加えて 100 mL とし、更にこの液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とし、内標準溶液とする。検液及び比較液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比は、比較液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3~4 mm, 長さ 1~2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 160～200℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が2～4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 (pH7.0)

測定波長 波長 570～610nm の極大吸収部

クチナシ赤色素

Gardenia Red

定義 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~ ~~又は~~ ~~Gardenia jasminoides Ellis~~ Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られたイリドイド配糖体のエステル加水分解物とタンパク質分解物の混合物に β-グルコシダーゼを添加して得られたものである。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 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 50 以上で、その表示量の 90～110% を含む。

性状 本品は、暗赤紫～赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、酢酸緩衝液 (pH4.0) 100 ~~mL~~ mL に溶かした液は、赤～赤紫色を呈する。

(2) 本品を酢酸緩衝液 (pH4.0) に溶かした液は、波長 520～545nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、この液 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1～2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1～3 滴を加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。検液 5 ~~mL~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ mL を加えてアルカリ性にするとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。また、検液 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1～3 滴を加えるとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 40 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 8.0 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.25 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As_2O_3 として 4.0 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 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 酢酸緩衝液 (pH4.0)

測定波長 波長 520～545nm の極大吸収部

クチナシ黄色素

Gardenia Yellow

定 義 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~ 又は ~~Gardenia jasminoides Ellis~~ Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られた、クロシン及びクロセチン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 ($E_{1cm}^{10\%}$) は 100 以上で、その表示量の 90~120% を含む。

性 状 本品は、黄~暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~ 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 100 ~~mL~~ mL を加えるとき、黄色を呈する。

(2) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~ 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 100 ~~mL~~ mL を加えて 50℃ の水浴中で 20 分間加温し、振り混ぜながら溶かした液は、波長 410~425nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、必要があれば水浴上で蒸発乾固し、冷却した後、硫酸 5 ~~mL~~ mL を加えるとき、青色を呈し、次いで紫色を経て褐色に変わる。

(4) 本品の表示量から色価 100 に換算して 1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~ 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 100 ~~mL~~ mL を加えて 50℃ の水浴中で 20 分間加温し、必要があれば振り混ぜて溶かし、検液とする。検液 5 ~~mL~~ μL を量り、対照液を用いず、テトラヒドロフラン/アセトニトリル/~~シュウ酸~~ シュウ酸二水和物 溶液 (1→80) 混液 (8 : 7 : 7) 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 付近に黄色のスポットを認める。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オクタデシルシリル化シリカゲル を 担体とし、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 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 8μg/g 以下 (~~1.25~~ 0.50 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) ゲニポシド 0.5% 以下 (色価 100 に換算)

本品の表示量から色価 100 に換算して 1.0 g に相当する量を とり量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて正確に 25 ~~mL~~ mL とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。別にゲニポシドをデシケーターで 24 時間乾燥した後、その約 ~~0.01g~~ 10mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) に溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とする。更にこの液 1 ~~mL~~ mL、5 ~~mL~~ mL、10 ~~mL~~ mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて、それぞれ正確に 100 ~~mL~~ mL とした液を標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 ~~μL~~ μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のゲニポシド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ゲニポシドのピーク面積から検液中のゲニポシドの濃度 (μg/~~mL~~ mL) を求め、次式によりゲニポシドの量を求める。

ゲニポシドの量 (色価 100 に換算) (%) = 検液中のゲニポシド濃度 (μg/~~mL~~ mL) × 0.0025
~~(%)~~

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 238nm)

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

カラム管 内径4～5mm, 長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル混液 (17:3)

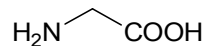
流量 ゲニポンドの保持時間が約15分になるように調整する。

色価測定法 本品の表示量から, 色価100に換算して約5gに相当する量を精密に量り, ~~0.02mol/L~~ ~~水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 50~~mL~~を加えて50℃の水浴中で20分間加温し, 必要があれば振り混ぜながら溶かし, 水を加えて正確に100~~mL~~とする。その1~~mL~~を正確に量り, 50vol%エタノールを加えて正確に100~~mL~~とし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を検液とする。50vol%エタノールを対照として, 波長 410～425nmの極大吸収部における, 液層の長さ 層長 1cmでの吸光度Aを測定し, 次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A \times 1000}{\text{試料の採取} \text{料} \text{量} \text{ (g)}}$$

グリシン

Glycine



C₂H₅NO₂

分子量 75.07

Aminoacetic acid [56-40-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, グリシン (C₂H₅NO₂) 98.5～101.5%を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5~~mL~~にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1~~mL~~を加え, 3分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5~~mL~~に塩酸 (1→4) 5滴及び新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1~~mL~~を加えるとき, 無色のガスを発する。この液5滴を小試験管に入れ, しばらく煮沸し, 次に水浴上で蒸発乾固し, 冷後, 残留物にクロモトローブ酸試液5～6滴を加え, 水浴中で10分間加熱するとき, 濃紫色を呈する。

pH 5.5～7.0 (1.0g, 水20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 水10~~mL~~)

~~(2) 液性 pH5.5～7.0 (1.0g, 水20mL)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物 Clとして0.021%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30~~mL~~)

~~(4) 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)~~

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

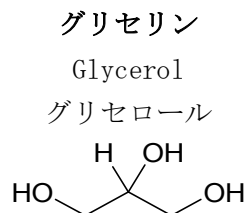
~~(5)~~ (4) ヒ素 As₂O₃として4.0~~3~~μg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約0.15gを精密に量り, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 7.507mg C₂H₅NO₂



C₃H₈O₃

分子量 92.09

Propane-1,2,3-triol [56-8-5]

含量 本品は、グリセリン (C₃H₈O₃) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の粘稠な液体で、においがなく、甘味がある。

確認試験 本品2～3滴に硫酸水素カリウム0.5gを加えて加熱するとき、アクロレインのようににおいを発する。

比重 $d_{20}^{20}=1.250\sim 1.264$

純度試験 ~~(1) 比重 1.250～1.264~~

~~(2) 重金属 Pbとして5.0μg/g以下 (5.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5mL)~~

(1) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2) ヒ素 As₂O₃として4.03μg/g以下 (10g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

本品 ~~10gを量り、~~に水を加えて100mLとし、この液5mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

~~(4)(3) 塩素化合物 Clとして0.003%以下~~

本品5.0gを量り、還流冷却器付フラスコに入れ、モルホリン15mLを加えて3時間穏やかに加熱還流する。冷後、水10mLで還流冷却器を洗い、洗液をフラスコに入れ、次に内容液を硝酸で酸性とする。この液をネスラー管に入れ、硝酸銀溶液(1→50)0.5mLを加え、更に水を加えて50mLとした液の濁度は、比較液より濃くない。比較液は、0.01mol/L塩酸0.40mLを用い、加熱還流を除き、試料と同様に操作して調製する。

~~(5)(4) 還元性物質~~ 本品3.0mLを量り、水5mLを加えて溶かし、アンモニア試液0.5mLを加え、60℃の水浴中で5分間加熱するとき、液は、黄色を呈さない。次に硝酸銀溶液(1→10)0.5mLを加えて振り混ぜ、暗所に5分間放置した液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液の調製は、ピロガロール・グリセリン溶液(3→100,000)を用い、検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

強熱残分 0.01%以下 (10g)

定量法 本品約0.5gを速やかに精密に量り、水を加えて正確に500mLとする。この液50mLを正確に量り、水約200mLを加え、硫酸(3→1,000)又は水酸化ナトリウム溶液(1→250)を用い、pH7.9±0.1に調整する。次にグリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを加え、穏やかにかき混ぜ、時計皿でふた蓋をし、暗所に30分間放置した後、水/エチレングリコール混液(1:1)10mLを加えて振り混ぜ、更に20分間暗所に放置する。次にギ酸ナトリウム溶液(1→15)5mLを加え、pH7.9±0.2になるまで0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。なお、試験にはすべて新たに煮沸し冷却した水を用いる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=9.209mg $C_3H_8O_3$

グリセリン脂肪酸エステル

Glycerol Esters of Fatty Acids

定義 本品は、脂肪酸とグリセリン又はポリグリセリンのエステル及びその誘導体である。本品には、グリセリン脂肪酸エステル、グリセリン酢酸脂肪酸エステル、グリセリン乳酸脂肪酸エステル、グリセリクエン酸脂肪酸エステル、グリセリコハク酸脂肪酸エステル、グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステル、グリセリン酢酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びポリグリセリン縮合リシノール酸エステルがある。

性状 本品は、無～褐色の粉末、薄片、粒、粒状若しくはろう状の塊、半流動体、又は液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品約5g(グリセリン酢酸エステルの場合は1.5g)に~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液 50 mLを加え、還流冷却器を付け、水浴中で1時間加熱した後、ほぼ乾固状態になるまでエタノールを留去する。次に塩酸(1→10) 50 mLを加えてよく振り混ぜ、生じた脂肪酸を石油エーテル/~~メチルエチルケトン~~ 2-ブタノン混液(7:1) 40 mLずつで3回抽出して分離する。この水層をよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液(1→9)を加えてほぼ中性にした後、水浴中で減圧下に濃縮して、残留物を得る。この残留物のメタノール溶液(1→10)を検液とする。検液5 µLにつき、メタノール/グリセリン混液(9:1)を対照液とし、アセトン/水混液(9:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、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、110°Cで10分間加熱して溶媒を除き、冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110°Cで20分間加熱して呈色させるとき、グリセリンエステルの場合は対照液と同位置に褐色のスポットを認め、また、ポリグリセリンエステルの場合は対照液と同位置以下に褐色のスポット又は褐色の帯状のスポットを認める。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担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

(2) グリセリン酢酸エステルの場合を除き、(1)で分離して得た石油エーテル・~~メチルエチルケトン~~ 2-ブタノン層を合わせ、溶媒を留去するとき、油状物又は白～黄白色の固体が残る。この残留物0.1gにジエチルエーテル 5 mLを加えて振り混ぜるとき溶ける。

(3) グリセリン脂肪酸エステル及びポリグリセリンエステルの場合を除き、(1)の残留物0.1gを~~0.005mol/L硫酸~~硫酸試液(0.005mol/L) 2 mLに溶かし、検液とする。別にグリセリン酢酸脂肪酸エステル及びグリセリン酢酸エステルの場合は酢酸 0.01g 10mgを、グリセリン乳酸脂肪酸エステルの場合は「乳酸ナトリウム」 0.02g 20mgを、グリセリクエン酸脂肪酸エステルの場合はクエン酸クエン酸一水和物 0.01g 10mgを、グリセリコハク酸脂肪酸エステルの場合は「コハク酸」 0.01g 10mgを、グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステルの場合は酢酸 0.01g 10mg及び酒石酸L(+)-酒石酸 0.01g 10mgを量り、それぞれ~~0.005mol/L硫酸~~硫酸試液(0.005mol/L) 2 mLに溶かし、それぞれの標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ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うとき、検液には、標準液に認められるピークと同一の保持時間のところにピークを認める。

操作方法

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 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 8 mm, 長さ 30 cm のステンレス管

カラム温度 60°C

移動相 0.005 mol/L 硫酸 硫酸試液 (0.005 mol/L)

流量 0.7 mL/分

- (4) ポリグリセリン縮合リシノール酸エステルの場合, (1) で分離して得た石油エーテル・メチルエチルケトン 2-ブタノン 層を合わせ, この液を水 50 mL ずつで 2 回洗浄し, 無水硫酸ナトリウム で脱水し, ろ過し, 減圧下で加温して溶媒を除去する。残留物約 1 g を精密に量り, 油脂類試験法の水酸基価の試験を行うとき, その値は, 150~170 である。ただし, 酸価の測定には残留物約 0.5 g を用いる。

純度試験 (1) 酸価 グリセリン脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン酢酸脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン乳酸脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン酢酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

ポリグリセリン脂肪酸エステル 12 以下 (油脂類試験法)

ポリグリセリン縮合リシノール酸エステル 12 以下 (油脂類試験法)

グリセリンクエン酸脂肪酸エステル 100 以下 (油脂類試験法)

グリセリンコハク酸脂肪酸エステル 60~120 (油脂類試験法)

グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステル 60~120 (油脂類試験法)

~~(2) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として $2 \mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

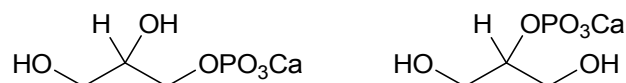
(3) ヒ素 As_{2-O_3} として $4.0 \text{ } \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

- (4) ポリオキシエチレン 本品 1.0 g を量り, 200 mL のフラスコに入れ, エタノール製水酸化カリウム試液 $3.5 \text{ w/v} \%$ 水酸化カリウム・エタノール試液 25 mL を加え, すり合わせの還流冷却器を付け, 水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間 煮沸加熱 する。次に, 水浴上又は減圧下でほぼ乾固状態になるまでエタノールを留去し, 硫酸 (3→100) 20 mL を加えて加温しながらよく振り混ぜる。これにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 15 mL を加え, よく振り混ぜた後, クロロホルム 10 mL を加え, 再び振り混ぜ, 放置するとき, クロロホルム層は, 青色を呈さない。

強熱残分 1.5% 以下

グリセリン酸カルシウム

Calcium Glycerophosphate



$\text{C}_3\text{H}_7\text{CaO}_6\text{P}$

分子量 210.14

Mixture of monocalcium 2,3-dihydroxypropanyl phosphate and monocalcium 1,3-dihydroxypropan-2-yl phosphate [27214-00-2]

含量 本品を乾燥物換算したものは、グリセロリン酸カルシウム ($C_3H_7CaO_6P$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

確認試験 本品 1 g に 5℃ 以下の水 10 mL を加え、よく振り混ぜ、検液とする。

- (1) 検液を煮沸するとき、白色の結晶を析出する。
- (2) 検液 3 mL に酢酸鉛 (II) 試液 2～3 滴を加えるとき、白色の凝乳状の沈殿を生じ、これに硝酸 3 mL を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 検液は、カルシウム塩の反応及びグリセロリン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁 (1.0 g, 水 50 mL)

- (2) エタノール可溶物 1.0% 以下

本品 1.0 g を量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 25 mL を加えて振り混ぜてろ過する。ろ液を水浴上で蒸発し、残留物を 60℃ で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

- (3) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、水 60 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 5 滴を加えて 0.05 mol/L 硫酸で滴定するとき、その消費量は、1.5 mL 以下である。
- (4) 塩化物 Cl として 0.071% 以下 (0.25 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL)
- (5) 硫酸塩 SO_4 として 0.048% 以下 (0.50 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL)
- (6) リン酸塩 PO_4 として 0.040% 以下

本品 1.0 g を量り、硝酸 (1→10) 10 mL を加えて溶かし、冷モリブデン酸アンモニウム試液 10 mL を加えて 10 分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、~~リン酸~~ カリウムリン酸二水素カリウム 0.192 g を量り、水 100 mL を加えて溶かし、この液 3.0 mL を量り、硝酸 (1→10) を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、冷モリブデン酸アンモニウム試液 10 mL を加えて 10 分間放置する。

- ~~(7) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 0.50 g を量り、酢酸 (1→20) 3 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

- (7) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

- (8) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~1.0 g を量り、~~ に 水 25 mL を加えて溶かし、硫酸 1 mL 及び ~~亜硫酸~~ 亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とする。この液 5 mL を量り、検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 13% 以下 (0.5 g, 150℃, 4 時間)

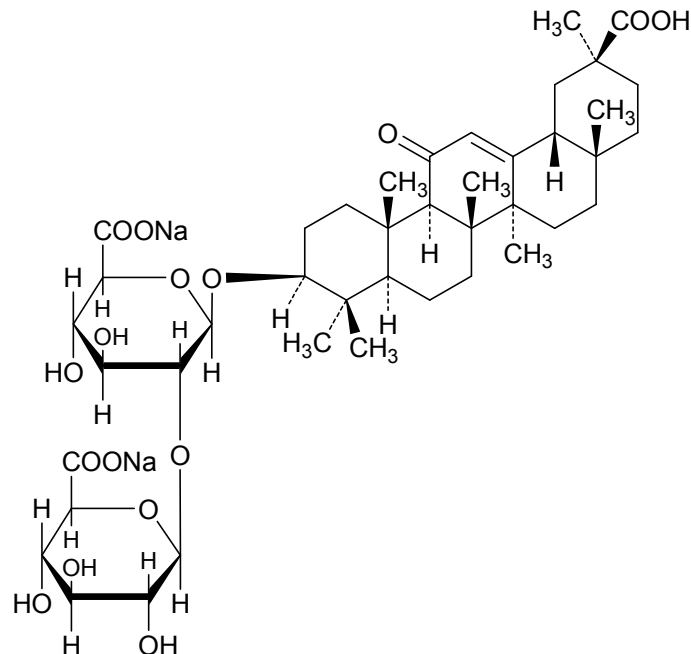
定量法 本品約 1 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。更に乾燥物換算を行う。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 10.51 mg C_3H_7

CaO₆P

グリチルリチン酸二ナトリウム

Disodium Glycyrrhizinate



C₄₂H₆₀Na₂O₁₆

分子量 866.90

20 β-Carboxy-11-oxo-30-norolean-12-en-3 β-yl (sodium β-D-glucopyranosyluronate)-(1→2)-(sodium β-D-glucopyranosiduronate)

含量 本品を無水物換算したものは、グリチルリチン酸二ナトリウム (C₄₂H₆₀Na₂O₁₆) 95.0～102.0%を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末で、味が極めて甘い。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に塩酸 (1→10) 10 ~~ml~~ mL を加え、10 分間穏やかに煮沸した後、冷却し、ろ過する。ろ紙上の残留物は、よく水洗し、105℃で1時間乾燥する。乾燥物のエタノール (95) 溶液 (1→1,000) 1 ~~ml~~ mL にジブチルヒドロキシルエン・エタノール (95) 溶液 (1→100) 0.5 ~~ml~~ mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 1 ~~ml~~ mL を加え、水浴中でエタノールを揮散させながら 30 分間加熱するとき、残留液中に赤紫～紫色の浮遊物を生じる。

(2) (1)のろ液 1 ~~ml~~ mL に ~~ナフトレゾルシン~~ 1,3-ジヒドロキシナフタレン 0.010g 10mg 及び塩酸 5 滴を加え、1分間穏やかに煮沸した後、5分間放置し、直ちに冷却する。この液にトルエン 3 ~~ml~~ mL を加えて振り混ぜるとき、トルエン層は、赤紫色を呈する。

(3) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 5.5～6.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 本品 0.50 g を量り、水 5 ~~ml~~ mL を加えて溶かした液は、澄明で、液の色は、比色標準液 I より濃くない。

~~(2) 液性 pH5.5～6.5 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.014%以下~~

本品 0.50 g を量り、硝酸(1→10) 6 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、液が着色している場合は、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、析出物をろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に硝酸(1→10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(4)~~(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.029% 以下

本品 0.50 g を量り、塩酸(1→4) 5 mL 及び水 10 mL を加え、10 分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、アンモニア試液で中和する。液が着色している場合は、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に塩酸(1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 30 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 3.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(5) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.5 g, 標準色 ヒ素標準液 9.0 mL, 装置 B)

本品 ~~2.0 g~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL 及び硝酸 10 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈する場合は、冷後、硝酸 2 mL を追加して加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、~~シュウ酸アンモニウム~~シュウ酸アンモニウム水和物溶液(1→25) 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 10 mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。別に、標準色は、次により調製する。~~ヒ素標準液 ~~9.0 mL~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL 及び硝酸 10 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム水和物溶液(1→25) 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 10 mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。

水分 13.0% 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 15.0~18.0% (無水物換算)

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、検液とする。別にニコチン酸アミド標準品を減圧デシケーター中で 4 時間乾燥した後、その約 ~~0.05 g~~ 50 mg を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準液とする。検液につき、水を対照液として波長 259 nm における吸光度 A_T を測定する。次に標準液につき、水を対照液として波長 261 nm における吸光度 A_S を測定し、次式により含量を求める。

グリチルリチン酸二ナトリウム ($\text{C}_{42}\text{H}_{60}\text{Na}_2\text{O}_{16}$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{ニコチン酸アミドの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{2 A_T}{A_S \times F} \times 100 \text{ (}\cancel{\%}\text{)}$$

ただし、 $F=1.093$

グルカナーゼ

Glucanase

定 義 本品は、担子菌 (*Pycnoporus coccineus*に限る。), 糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Geosmithia emersonii*, *Humicola insolens*, *Penicillium emersonii*, *Penicillium funiculosum*, *Rasamsonia emersonii*, *Rhizopus delemar*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*に限る。), 酵母 (*Saccharomyces*属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。) 又は細菌 (*Arthrobacter*属, *Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus subtilis*, *Cellulosimicrobium cellulans*, *Lysobacter enzymogenes*, *Paenibacillus curdlanolyticus*, *Pseudomonas paucimobilis*に限る。) の培養物より得られた、 β -D-グルカンを加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルカナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

グルカナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

カードラン2.0 gを量り、水を加えて100mLとし、よく振り混ぜ均一に懸濁させたものを基質懸濁液とする。用時調製する。

L字型試験管に基質懸濁液1 mLを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)又はpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 5 mLを加え、37°Cで5分間加温した後、振とうしながら試料液1 mLを加える。この液を振とうしながら37°Cで30分間加温した後、塩酸試液(0.5mol/L) 1 mLを加えて混和した後、毎分3500回転で15分間遠心分離し、上澄液1 mLにフェノール溶液(1→20) 1 mLをそれぞれ加え、更に硫酸5 mLを速やかに加えて激しくかき混ぜ検液とする。別に基質懸濁液1 mLを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)又はpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 5 mLを加え、塩酸試液(0.5mol/L) 1 mLを加えて混和した後、試料液1 mLを加えて毎分3500回転で15分間遠心分離し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長490nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

第2法

本品 0.50 g を量り、水又は pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

β -グルカン (大麦由来) 3.75 g を量り、水 150mL に懸濁し、水浴中で振り混ぜながら 10 分間加熱して溶かす。冷後、この液に pH5.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 25mL を加え、更に水を加えて 250mL としたものを基質溶液とする。冷蔵保存で 2 週間以内に使用する。

試験管に基質溶液 1.75mL を量り、50°C で 5 分間加温した後、試料液 0.25mL を加えて直ちに混和して 50°C で 10 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸試液 2 mL を加えてよく混和し、試験管にガラス玉をのせ蓋をして水浴中で 15 分間加熱した後、水中で冷却した後、水 10mL を加え、検液とする。別に試験管に基質溶液 1.75mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸試液 2 mL を加えてよく混和した後、試料液 0.25mL を加えて、試験管にガラス玉をのせ蓋をして水浴中で 15 分間加熱した後、水中で冷却した後、水 10mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

乾燥酵母 (グルカナーゼ活性試験用) を pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.005mol/L) に懸濁させたものを基質懸濁液とする。ただし、基質懸濁液の波長 660nm における吸光度が 0.45~0.55 の範囲になるように、乾燥酵母 (グルカナーゼ活性試験用) 又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.005mol/L) の量を調整する。氷水中に保存し、調製後 15 分以内に使用する。

試験管に基質懸濁液 10mL を量り、40°C で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えてかくはんした後、40°C で 15 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し比較液とする。40°C で 15 分加温後の検液及び比較液につき、直ちにそれぞれよくかくはんして波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

第4法

本品 0.50 g を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, アルブミン含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同試料希釈液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

β -グルカン (大麦由来) 1.0 g を量り、水 60mL に懸濁し、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱して溶かす。冷後、この液に pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を用いて pH 6.0 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に試料液 0.5mL を量り、40°C で 10 分間加温した後、あらかじめ 40°C に加温した基質溶液 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 30 分間加温する。この液にソモギー試液 (III) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 30 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 1 mL を加え、ゆるやかに振り混ぜて赤色の沈殿物を完全に溶かし、30 分間放置した後、水 2 mL を加え混合する。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別

に試験管に試料液 0.5mL を量り、ソモギー試液 (III) 1 mL を加えてよく振り混ぜた後、基質溶液 0.5mL を加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 30 分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

第5法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

β-グルカン (大麦由来) 1.0 g を量り、水 30mL を加えて 1 時間かくはんした後、水浴中で 5 分間加熱して溶かす。冷後、pH5.0 のリン酸カリウム・リン酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、更に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 15mL を量り、45°C にて 20 分間加温した後、試料液 2 mL を加えて振り混ぜ、45°C で 15 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作して調製したものを比較液とする。検液及び比較液を 45°C で 15 分加温し、加温後の検液及び比較液につき、それぞれ直ちに一般試験法粘度測定法第 1 法の毛細管粘度計法により操作し、流下時間を測定するとき、検液の流下時間は比較液の流下時間よりも小さい。ただし、45°C で試験する。

グルコアミラーゼ

Glucoamylase

糖化アミラーゼ

定 義 本品は、担子菌 (*Corticium rolfssii* に限る。)、糸状菌 (*Acremonium* 属, *Aspergillus* 属, *Humicola grisea*, *Rhizopus delemar*, *Rhizopus niveus*, *Rhizopus oryzae* に限る。)、酵母 (*Saccharomyces* 属に限る。) 又は細菌 (*Bacillus* 属, *Pseudomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、デンプン等のグルコシド結合を加水分解して、グルコースを生成する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルコアミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

グルコアミラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 0.50 g を量り、水、塩類試液又は冷却した塩類試液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、塩類試液又は冷却した塩類試液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン 2.0 g を量り、水 20mL を加え、よくかき混ぜながら約 40mL の沸騰水中に徐々に加え、沸騰し始めてから約 2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 1 mL に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.2mL を加え、40°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 40°C で 20 分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、室温で 30 分間放置した後、塩酸試液 (1 mol/L) 0.1mL を加えて中和し、この液 0.2mL に D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 6 mL を加えて混和し、40°C で 40 分間加温する。室温まで冷却して検液とする。

別に基質溶液 1 mL に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.2mL を加え、40°C で 5 分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 0.1mL を加え、次に試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、室温で 30 分間放置したのち、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 0.50 g を量り、水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース-水和物 2.16 g を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.1mL を量り、37°C で 8 分間加温した後、試料液 0.02mL を加えて 37°C で 6 分間加温し、水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 0.02mL を加え、更に 1 分後に D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 0.11mL を加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに試料液の調製に用いた水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を調製後、それぞれ 37°C で 7 分間加温し、波長 340nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 0.50 g を量り、水又は酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル α-D-グルコピラノシド 55mg を量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶かし 500mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 0.2mL に酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) 0.25mL を加えて混合し、30°C で 5 分間加温した後、基質溶液 0.5mL を加え直ちに振り混ぜ、30°C で 10 分間加温した後、四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 1 mL を加え、検液とする。

別に試料液の代わりに試料の希釈に用いた希釈液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 400nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第4法

「β-アミラーゼ」のβ-アミラーゼ活性試験法第1法を準用する。

第5法

「β-アミラーゼ」のβ-アミラーゼ活性試験法第2法を準用する。

α-グルコシダーゼ

α-Glucosidase

マルターゼ

定 義 本品は、糸状菌 (*Absidia* 属, *Acremonium* 属, *Aspergillus* 属に限る。), 酵母 (*Saccharomyces* 属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属, *Burkholderia ginsengisoli*, *Halomonas aquamarina*, *Pseudomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、マルトースやオリゴ糖の非還元末端に存在するα-D-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、α-グルコシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

α-グルコシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) , pH4.0 のマッキルバイン緩衝液 (0.02mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース一水和物 2.1 g を量り、少量の水を加えてかくはんして溶かし、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 10mL 及び水を加えて 100mL としたものの、あるいは、D (+) -マルトース一水和物 2.1 g を量り、水を加えてかくはんして溶かし、pH4.0 のマッキルバイン緩衝液 10mL 及び水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

37°C で 5 分間加温した基質溶液 1 mL にあらかじめ 37°C で加温した試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、この液に塩酸試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて直ちに混和し、冷後、この液に水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて振り混ぜ、この液 1 mL を量り、D-グルコース測定用試液 (ムタローゼ含有) 4 mL を加えて混和し、37°C で 20 分間加温し、検液とする。別に 37°C で 5 分間加温した基質溶液 1 mL に塩酸試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、あらかじめ 37°C に保温した試料液 1 mL を加えて混和し、冷後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 1.0 g を量り、冷水を加えて溶解又は均一に分散し 200mL としたものの、又は、これを更に冷水を用いて 10 倍、若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

α-メチル-D (+) -グルコシド 2.0 g を量り、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 1 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.02mol/L) 1 mL を加えて 40°C で 10~15 分間加温し、試料液 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 60 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱し、流水中で冷却する。この液 0.1mL に D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) 3 mL を加えてよく振り混ぜ、40°C で 20 分間加温し、検液とする。別に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.02mol/L) 1 mL を量り、試料液 0.5mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、流水中で冷却し、基質溶液 1 mL を加える。この液 0.1mL に D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) 3 mL をそれぞれ加えてよく振り混ぜ、40°C で 20 分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 500nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

β-グルコシダーゼ

β -Glucosidase
ゲンチオビアーゼ
セロビアーゼ

定義 本品は、ソテツ (*Cycas revoluta* Thunb.)、又は糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus pulverulentus*, *Penicillium decumbens*, *Penicillium multicolor*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*に限る。) 、放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属に限る。) の培養物より得られた、糖類の β -D-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、 β -グルコシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下(0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

β -グルコシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

D (一) -サリシン 0.50 gを量り、水を加えて溶かし50mLとしたものを基質溶液とする。

50mLのネスラー管にpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 3mLを量り、基質溶液1mLを加えて40°Cで10分間加温した後、試料液1mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで30分間加温する。この液にソモギー試液(I) 2mLを加えて振り混ぜ、ネスラー管の口に軽く蓋をして、水浴中で20分間加熱し、冷後、この液にネルソン試液1mLを加えて亜酸化銅の赤色沈殿が完全に溶けるまでよく振り混ぜ、室温で約20分間放置した後、水を加えて25mLとし、検液とする。別に50mLのネスラー管にpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 3mLを量り、基質溶液1mLを加え、ソモギー試液(I) 2mLを加えて振り混ぜた後、試料液1mLを加えて、ネスラー管の口に軽く蓋をして、水浴中で20分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長500nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液に

ついて測定する。

第2法

本品 0.50 g を量り， pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを，又は，これを更に同緩衝液を用いて 10 倍， 100 倍，若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル-β-D-グルコピラノシド 0.151 g を量り，水を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.5mL を量り， pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 1 mL を加えて 50°C で 5 分間加温し，試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 50°C で 20 分間加温した後，炭酸ナトリウム溶液 (53→500) 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ，検液とする。別に基質溶液 0.5mL を量り， pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 1 mL 及び炭酸ナトリウム溶液 (53→500) 1 mL を加えて振り混ぜた後，試料液 0.1mL を加えて振り混ぜ，この液を 50°C で 20 分間加温し，冷後比較液とする。検液及び比較液につき，波長 400nm における吸光度を測定するとき，検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお，吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は，遠心分離を行い，その上澄液について測定する。

第3法

本品 1.0 g を量り， pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 250mL としたものを，又は，更に同緩衝液を用いて 10 倍，若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

D-(+)-セロビオース 0.20 g を量り， pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.05mL を量り， 50°C で 3 分間加温し，試料液 0.025mL を加えて 50°C で 10 分間加温し，この液に D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 0.175mL を加えて直ちに振り混ぜ， 5 分間放置し，検液とする。別に試料液の代わりに pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 0.025mL を用いて検液の調製と同様に操作し，比較液とする。検液及び比較液につき，波長 340nm における吸光度を測定するとき，検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお，吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は，遠心分離を行い，その上澄液について測定する。

α-グルコシルトランスフェラーゼ

α-Glucosyltransferase

4-α-Glucanotransferase

6-α-Glucanotransferase

4-α-グルカノトランスフェラーゼ

6-α-グルカノトランスフェラーゼ

定 義 本品は，バレイシヨ (*Solanum tuberosum* L.) の塊茎，又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 若しくは細菌 (*Agrobacterium radiobacter*, *Arthrobacter* 属, *Bacillus* 属, *Erwinia* 属, *Geobacillus pallidus*, *Geobacillus stearothermophilus*, *Gluconobacter oxydans*,

Leuconostoc mesenteroides, Paenibacillus alginolyticus, Pimelobacter 属, Protaminobacter 属, Pseudomonas 属, Serratia 属, Sporosarcina globispora, Thermus 属に限る。) の培養物より得られた、グルコシル基、又はグルカン鎖を転移する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、 α -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により試験を行う。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

α -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品1.0gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.02mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。用時調製し、調製後30分以内に試験に用いる。

スクロース5.0gを量り、水を加えてよく振り混ぜ均一に溶かし100mLとしたもの、又は、可溶性デンプン5.0gを量り、加熱した水を加えてよく振り混ぜ均一に溶かした後、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.1mLを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.5mol/L)0.08mLを加えて混和し、37°Cで5分間加温する。この液に試料液0.02mLを加えて37°Cで15分間更に加温した後、水浴中で5分間加熱し、冷後、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)2.2mLを加えて混和する。この液に α -D-グルコース1-リン酸測定用試液1.2mLを加えてよく振り混ぜ、30°Cで30分間加温し、検液とする。

別に基質溶液0.1mLを量り、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)0.08mLを加えて混和し、37°Cで5分間加温する。この液に試料液0.02mLを加えて直ちに水浴中で5分間加熱し、冷後、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)2.2mLを加えて混和する。この液に α -D-グルコース1-リン酸測定用試液1.2mLを加えてよく振り混ぜ、30°Cで30分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長340nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液につい

て測定する。

第2法

本品 1.0 g を量り、pH7.5 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものを、又は、これを更に先の緩衝液で 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。用時調製する。調製後 30 分以内に試験に用いる。

アミロース試液 1 mL に pH7.5 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) 2 mL を加えてよく混合し、水を加えて 10mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.1mL を量り、50℃ で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜ、50℃ で 10 分間加温した後、塩酸試液 (0.004mol/L) 2 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液にヨウ素試液 (α -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜたものを検液とする。別に基質溶液 0.1mL を量り、塩酸試液 (0.004mol/L) 2 mL 及び試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、更にヨウ素試液 (α -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜたものを比較液とする。検液及び比較液につき、波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 1.0 g を量り、pH6.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものを試料液とする。

スクロース 8.6 g を量り、水を加えて溶かし 100mL にしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 1 mL に 20℃ で 15 分間加温した基質溶液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、20℃ で 10 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、メンブランフィルター (孔径 0.45 μ m) を用いてろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液 1 mL を基質溶液 4 mL に加えて直ちに水浴中で 5 分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター (孔径 0.45 μ m) でろ過したものを比較液とする。別にイソマルツロース 0.10 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液を次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液にはイソマルツロースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のイソマルツロースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 20~40℃

移動相 アセトニトリル/水 (85 : 15)

検液及び比較液の注入量 10~15 μ L の一定量

流量 1 mL/分

第4法

本品 0.50 g を量り、水又は pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは

10000 倍に希釈したものを試料液とする。

マルトペンタオース 5.0 g を量り、水 300mL を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 50mL 及び水を加えて 500mL としたものを基質溶液とする。

50℃に加温した基質溶液 5 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、50℃で 60 分間加温した後、この液 0.5mL を量り、水 5 mL を加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液 0.5mL をソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 2 mL を加えてよく混和し 30 分間放置した後、水 5mL を加えたものを検液とする。

別に 50℃に加温した基質溶液 5 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、この液 0.5mL を量り、水 5 mL に加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液 0.5mL をソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 2 mL を加えてよく混和し 30 分間放置した後、水 5 mL を加えたものを比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第5法

本品 1.0 g を量り、水又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 5 mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

トレハロース二水和物 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

60℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、60℃で 30 分間加温した後、この液 1.0mL を量り、ソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、水 5 mL を加え、検液とする。別に 60℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、直ちにこの液 1.0mL を量り、ソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、水 5 mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第6法

本品 1.0 g を量り、水又は pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

パノース 1.0 g を量り、pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

35℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、35℃で 30 分間加温した後、この液 0.5mL を量り、水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液に D-グルコース測定用試

液（ムタロターゼ含有） 2 mL を加えてよく振り混ぜ、37℃で 10 分間加温し、検液とする。別に 35℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2 mL を加えて混和し、直ちにこの液 0.5 mL を量り、水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液に D-グルコース測定用試液（ムタロターゼ含有） 2 mL を加えてよく振り混ぜ、37℃で 10 分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第 7 法

本品 1.0 g を量り、水又は pH6.0 の酢酸緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に水又は pH6.0 の酢酸緩衝液（0.05 mol/L）を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

マルトテトラオース 1.0 g を量り、pH6.0 の酢酸緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶かし 50 mL としたものを基質溶液とする。

35℃に加温した基質溶液 0.5 mL に試料液 0.5 mL を加えて混和し、35℃で 60 分間加温した後、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、検液とする。別に基質溶液 0.5 mL に試料液 0.5 mL を加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し、冷後、比較液とする。別にマルトトリオース 50 mg を量り、水を加えて溶かし 100 mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ 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うとき、検液には、マルトトリオースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のマルトトリオースのピーク面積より大きい。なお、検液の液体クロマトグラフィーにおいてマルトトリオースのピークが明確に判別できないときは除タンパク又は脱塩を行う。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 11~25 µm の液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ag 型）

カラム管 内径 5~20 mm、長さ 20~40 cm のステンレス管

カラム温度 50~85℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0 mL/分 マルトトリオースの保持時間が 10~50 分になるように調整する。

第 8 法

本品 0.50 g を量り、水又は酢酸緩衝液（0.05 mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に水又は酢酸緩衝液（0.05 mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）で 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

マルトテトラオース 1.0 g を量り、酢酸緩衝液（0.05 mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）を加えて溶かし 50 mL としたものを基質溶液とする。

40℃に加温した基質溶液 0.5 mL に試料液 0.5 mL を加えて混和し、40℃で 30 分間加温した後、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、検液とする。別に基質溶液 0.5 mL に試料液 0.5 mL を加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し、冷後、比較液とする。別に D (+) -マルトース一水和物 50 mg を量り、水を加えて溶かし 100 mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ 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うとき、検液には、D (+) -マルトースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、

比較液のD (+) -マルトースのピーク面積より大きい。なお、検液の液体クロマトグラフィーにおいてD (+) -マルトースのピークが明確に判別できないときは除タンパク又は、脱塩を行う。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 6 μmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Na型)

カラム管 内径8 mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 40~60℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分 D (+) -マルトース-水和物の保持時間が約15分になるように調整する。

α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア

α-Glucosyltransferase Treated Stevia

酵素処理ステビア

定義 本品は、「ステビア抽出物」に、α-グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。α-グルコシル~~ステビオシド~~化ステビオール配糖体を主成分とする。

含量 本品を乾燥物換算したものは、α-グルコシル化ステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体 (ステビオシド、~~ズルコシドA、レバウジオシドA、レバウジオシドC~~) の総量として80.0%以上を含み、α-グルコシル~~ステビオール配糖体~~65.0%以上を含む。4種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA各々のα-グルコシル化物) 及びそれらの未反応のステビオール配糖体4種の合計量として80.0%以上を含み、かつ、α-グルコシル~~化ステビオール配糖体~~4種の合計量として65.0%以上を含む。

性状 本品は白~淡黄色の粉末、薄片又は粒で、におい~~は~~がないか又はわずかに~~特有の特異な~~においがあり、強い甘味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gを~~水20mL~~水/アセトニトリル混液(7:3)100mLに溶かし、検液とする。検液~~及び~~定量法の標準液Aをそれぞれ10~~μL~~μLにつき~~μL~~ずつ量り、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液では、ステビオシド又はレバウジオシドAより遅い早い保持時間に複数のピークを認める。~~ただし、定量用ステビオシド及びレバウジオシドAのそれぞれ5mgを水10mLに溶かし、標準液とする。~~

(2) ~~(1)の検液の残りの液に、グルコアミラーゼ20,000単位を加え、55℃で約45分間放置し、室温まで冷却した後、検液とする。↓定量法の検液A10μLにつき、(1)と同じ操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、(1)でステビオシド又はレバウジオシドAより遅い早い~~保持時間に認められた~~複数の~~るピークの合計面積は~~減少し、(1)の検液の場合より小さく、~~ステビオシド又はレバウジオシドAのいずれか、あるいは両方のピーク面積が~~増大するは、(1)の検液の場合より大きい。~~

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)~~

(1) 鉛 Pbとして1μg/g以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

- (2) ヒ素 As_2O_3 として ~~2.0~~ 1 $\mu\text{g/g}$ 以下 (~~1.0~~ 1.5 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 (1) ~~α -グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量の定量~~
本品約 1 g を精密に量り, 水 50mL に溶かす。この溶液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂又はスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂 50mL を充てんした内径約 25mm のガラス管に注ぎ, 1 分間に 3 mL 以下の速さで流出させ, 次いで水 250mL で洗浄した後, 50vol% エタノール 250mL を 1 分間に 3 mL 以下の速さで流す。この溶出液を約 100mL まで濃縮し, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に加え, 更に水を加えて約 180mL とする。この液を 55°C で約 5 分間放置した後, グルコアミラーゼ 20,000 単位を加え, 55°C で約 45 分間放置する。更に 95°C で約 30 分間加熱した後, 室温まで冷却し, 水を加えて正確に 200mL とし, 検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 200mL とし, ステビオシド標準液とする。検液及びステビオシド標準液をそれぞれ 10 μ L ずつ量り, 「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を求める。次に, 検液 20 μ L を量り, D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後, 37°C で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後, 波長 505nm における吸光度を測定する。対照液は, 水 20 μ L を用いて検液と同様に操作して調製する。別に空試験を行い補正する。ただし, 空試験液は, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に量り, 水を加えて約 180mL としたものを 55°C で約 5 分間放置した後, グルコアミラーゼ 20,000 単位を加え, 55°C で約 45 分間放置し, 更に 95°C で約 30 分間加熱し, 室温まで冷却し, 水を加えて正確に 200mL とした液とする。空試験液を検液と同様に操作して, 吸光度を測定する。別にブドウ糖約 1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 100mL とする。この液 5 mL, 10mL, 20mL 及び 30mL を正確に量り, 水を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準液とする。これらの標準液につき, 検液と同様に操作して吸光度を測定し, 検量線を作成する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中の D-グルコース濃度を求め, 次式により検液中の α -グルコシル残基量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシル残基量} = ((\text{検液中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200) / (\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1,000)) \times 0.900 \times 100 (\%)$$

~~α -グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量を次式により求める。~~

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量 (\%)} = \text{ステビオール配糖体量 (\%)} + \alpha\text{-グルコシル残基量 (\%)} -$$

- (2) ~~α -グルコシルステビオール配糖体の定量~~

~~本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて正確に 200mL とし, 検液とする。検液及び(1)のステビオシド標準液 10 μ L ずつにつき, 「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を測定し, その値を未反応のステビオール配糖体量とする。次式により α -グルコシルステビオール配糖体の含量を求める。~~

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体含量 (\%)} = \text{ステビオール配糖体量 (\%)} + \alpha\text{-グルコシル残基量 (\%)} - \text{未反応のステビオール配糖体量 (\%)} -$$

- (1) グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体 4 種の合計量

本品約 0.1 g を精密に量り, 水 20mL に溶かし, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 10mL を正確に加える。

この液にグルコアミラーゼ 2000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置する。更に 95℃で約 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水／アセトニトリル混液（7：3）を加えて正確に 100mL とし、検液 A とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシド A を乾燥し、それぞれ約 50mg ずつを精密に量り、水／アセトニトリル混液（7：3）に溶かして正確に 100mL とし、標準液 A とする。検液 A 及び標準液 A について「ステビア抽出物」の定量法を準用し、ステビオール配糖体 4 種（ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A）の合計量を求める。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基の量

本品約 1 g を精密に量り、水 50mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1 分間に 3 mL 以下の速さで流出させた後、水 250mL で洗浄する。次に、50vol%エタノール 250mL を 1 分間に 3 mL 以下の速さで流し、得られた流出液を約 100mL になるまで濃縮し、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に加え、更に水を加えて約 180mL とする。この液を 55℃で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置する。更に 95℃で約 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200mL とし、検液 B とする。検液 B 20μL を量り、D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後、水 20μL を用いて検液 B と同様に操作した液を対照として、波長 505nm における吸光度を測定する。別に空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に量り、水を加えて約 180mL としたものを 55℃で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置し、更に 95℃で約 30 分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200mL とした液とする。空試験液を検液 B と同様に操作して、吸光度を測定する。別に D (+) -グルコース約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100mL とする。この液 5 mL、10mL、20mL 及び 30mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液 B とする。これらの標準液 B につき、検液 B と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。検液 B 中の D-グルコース濃度を検量線から求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基の量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する } \alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)} \\ & \text{検液 B 中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200 \\ = & \frac{\text{検液 B 中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100 \end{aligned}$$

(3) 未反応のステビオール配糖体 4 種の合計量

本品約 0.5 g を精密に量り、水／アセトニトリル混液（7：3）を加えて正確に 100mL とし、検液 C とする。検液 C 及び(1)の標準液 A について「ステビア抽出物」の定量法を準用し、未反応のステビオール配糖体 4 種（ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A）の合計量を求める。

(4) α-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量

次式により α-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量 (\%)} \\ = & \text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体 4 種の合計量 (\%)} \end{aligned}$$

+グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基の量 (%)

(5) α -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量

次式により α -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量を求める。

α -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量 (%)

=グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体4種の合計量 (%)

+グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基の量 (%)

- 未反応のステビオール配糖体4種の合計量 (%)

α -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビオール配糖体

α -Glucosyltransferase Treated Steviol Glycosides

酵素処理ステビオール配糖体

定義 本品は、「ステビオール配糖体」に、 α -グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。 α -グルコシル化ステビオール配糖体を主成分とする。

含量 本品を乾燥物換算したものは、 α -グルコシル化ステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド各々の α -グルコシル化物)及びそれらの未反応のステビオール配糖体9種の合計量として95.0%以上を含み、かつ、 α -グルコシル化ステビオール配糖体9種の合計量として80.0%以上を含む。

性状 本品は白色の粉末、薄片又は粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 「 α -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

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

(2) ヒ素 Asとして $1\mu\text{g/g}$ 以下(1.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下(105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 (1) グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種及び8種の合計量

本品約0.1gを精密に量り、水20mLに溶かし、酢酸緩衝液(pH4.5)10mLを正確に加える。この液にグルコアミラーゼ2000単位を加え、55°Cで約45分間放置する。更に95°Cで約30分間加熱した後、室温まで冷却し、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に100mLとし、検液Aとする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシドAを乾燥し、それぞれ約50mgずつを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶かして正確に100mLとし、標準液Aとする。検液A及び標準液Aについて「ステビオール配糖体」の定量法を準用し、ステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量及びステビオール配糖体8種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基の量

「α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア」の定量法を準用し、グルコアミラーゼ処理により遊離するα-グルコシル残基の量を求める。

(3) 未反応のステビオール配糖体9種の合計量

本品約0.5gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶かして正確に100mLとし、検液Cとする。検液C及び(1)の標準液Aについて「ステビオール配糖体」の定量法を準用し、未反応のステビオール配糖体8種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。次式により、未反応のステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{未反応のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \\ & = \text{未反応のステビオール配糖体8種の合計量 (\%)} \\ & \quad \times \frac{\text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)}}{\text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体8種の合計量 (\%)}} \end{aligned}$$

(4) α-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量

次式によりα-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量 (\%)} \\ & = \text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \\ & \quad + \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)} \end{aligned}$$

(5) α-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量

次式によりα-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量 (\%)} = \text{グルコアミラーゼ処理後のステビ} \\ & \text{オール配糖体9種の合計量 (\%)} + \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残} \\ & \text{基の量 (\%)} - \text{未反応のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \end{aligned}$$

グルコースイソメラーゼ

Glucose Isomerase

定 義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。)、放線菌 (*Actinoplanes missouriensis*, *Streptomyces griseofuscus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces murinus*, *Streptomyces phaeochromogenes*, *Streptomyces rubiginosus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*, *Streptomyces* sp.に限る。)又は細菌 (*Arthrobacter globiformis*, *Bacillus coagulans*に限る。)の培養物より得られた、グルコースを異性化する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルコースイソメラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

グルコースイソメラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 1.0 gを量り、水又はpH7.0のリン酸緩衝液 ($0.05\text{mol}/\text{L}$)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は先の緩衝液にて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -グルコース 3.6 gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液 ($0.4\text{mol}/\text{L}$) 25mL及び硫酸マグネシウム試液 ($0.1\text{mol}/\text{L}$) 20mLを加えて溶かした後、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1 mLを量り、水 0.8mLを加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで5分間加温し、試料液 0.2mLを加え、試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで30分間加温した後、氷冷する。この液に過塩素酸 (9→200) 4 mLを加えて混和した後、水を加えて10mLとする。ただし、過塩素酸は濃度70%のものを用いる。この液 0.5mLを試験管にとり、水 0.5mLを加えて混和し、氷水中で70vol%硫酸試液 6 mLを加えよく振り混ぜ、更に氷水中でL-システイン塩酸塩試液 0.1mLを加えて混和した後、50°Cで10分間加温し、室温まで冷却し、検液とする。

別に試験管に基質溶液 1 mLを量り、水 0.8mLを加えて混和し、過塩素酸 (9→200) 4 mLを加えた後、試料液 0.2mLを加えて試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで30分間加温した後、水を加えて10mLとする。この液 0.5mLを試験管にとり、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長410nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 1.0 gを量り、水又はマレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同希釈液又を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -グルコース 216.2 gを量り、マレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液を加え500mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液 1.0mLを量り、60°Cで2分間加温し、試料液 0.25mLを加えて混和し、60°Cで30分間加温した後、塩酸 (1→5) 0.25mLを加えて振り混ぜ、冷後、メンブランフィルター (孔径0.2 μm) でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液の代わりに水又はマレイン酸・硫酸マグネシウム・塩

化コバルト試液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。別にフルクトース（酵素用）0.10 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、フルクトースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のフルクトースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約 9 μ m の液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ca型）

カラム管 内径約 8 mm, 長さ 30cm のステンレス管

カラム温度 80 $^{\circ}$ C

移動相 水

流量 0.6mL/分

第3法

本品 1.0 g を量り、水又は MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

フルクトース（酵素用）3.8 g を量り、MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を加えて溶かし 25mL としたものを基質溶液とする。

MOP S 緩衝液（0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム・塩化コバルト含有）3.1mL を量り、試料液 1.9mL を加え 37 $^{\circ}$ C で 5 分間加温し、グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ試液 15mL を加えて 37 $^{\circ}$ C で 8 分加温する。この液に基質溶液 3.7mL を加え、37 $^{\circ}$ C で 5 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を用いて以下検液の調製と同様に操作し比較液とする。検液及び比較液につき、基質溶液添加 5 分後の波長 405 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

グルコースオキシダーゼ

Glucose Oxidase

定義 本品は、糸状菌 (*Acremonium chrysogenum*, *Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Penicillium* 属に限る。) の培養物より得られた、グルコースを酸化する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色若しくは白～淡黄色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルコースオキシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 μ g/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B）

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。また、生菌数試験は、標準寒天培地の代わりにソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を用いて行う。

グルコースオキシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品0.50 gを量り、pH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L），冷却したpH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L）又は水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

D（+）-グルコース2.50 gを量り、水を加えて溶かして25mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.5mL，リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L，pH7.0，フェノール含有）2mL，パーオキシダーゼ試液（25単位/mL）0.5mL及び4-アミノアンチピリン溶液（1→250）0.1mLを石英セルに入れ、37°Cで10分間加温する。この液に試料液0.1mLを加えてよく混ぜて37°Cで加温し、検液とする。別に試料液の代わりにpH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L）又は水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、試料液添加2分後及び5分後の波長500nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度の差は比較液の吸光度の差より大きい。

第2法

本品1.0 gを量り、水又は酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L，pH5.8，塩化ナトリウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D（+）-グルコース2.80 gを量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L，pH5.8，塩化ナトリウム含有）100mLを加えて溶かしたものを基質溶液とする。

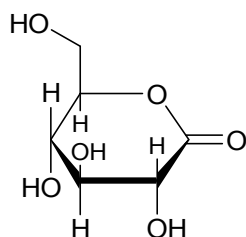
あらかじめ35°Cに加温した基質溶液25mLに試料液1 mLを加えて、毛細管で通気しながら35°Cで15分間加温した後、10mLの水で毛細管を洗い、毛細管を取り外し、洗液を合わせる。この液に直ちに水酸化ナトリウム試液（0.1mol/L）10mLを加え35°Cで60分間加温し、検液とする。別に基質溶液25mLに水10mL及び水酸化ナトリウム試液（0.1mol/L）10mLを加えた後、試料液1 mLを加え35°Cで60分間加温し、比較液とする。

検液及び比較液を塩酸試液（0.1mol/L）で滴定（指示薬 フェノールフタレイン試液2滴）するとき、検液の塩酸試液（0.1mol/L）の消費量は比較液の塩酸試液（0.1mol/L）の消費量よりも小さい。

グルコノデルタラクトン

Glucono- δ -Lactone

グルコノラクトン



$C_6H_{10}O_6$

分子量 178.14

D-glucono-1,5-lactone [90-80-2]

含量 本品を乾燥したものは、グルコノデルタラクトン ($C_6H_{10}O_6$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、味は初め甘く、次にわずかに酸味を呈する。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) 1 mL に塩化鉄(III)-塩化鉄(III)六水和物溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL に酢酸 0.7 mL 及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン 1 mL を加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取り、熱湯 10 mL を加えて溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、ガラス棒で内壁をこすり、析出する結晶を乾燥するとき、その融点は、192~202°C (分解) である。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.035%以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL)

(3) 硫酸塩 SO_4 として 0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、微紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 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, フレーム方式)

(5) ヒ素 As_{2-3} として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(6) ショ糖又は還元糖 本品 0.50 g を量り、水 10 mL 及び塩酸 (1→4) 2 mL を加えて2分間煮沸する。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 5 mL を加え、5分間放置した後、水を加えて 20 mL とする。この液 5 mL を量り、フェーリング試液 2 mL を加えて1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄~赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 2時間)

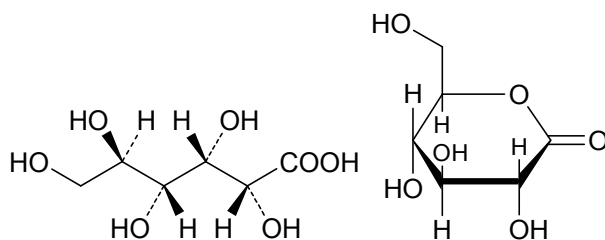
強熱残分 0.10%以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 30 mL を正確に量って加えて溶かし、20分間放置し、過量のアルカリを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 17.81 mg $C_6H_{10}O_6$

グルコン酸

Gluconic Acid
グルコン酸液



定義 本品は、グルコン酸及びグルコノデルタラク톤の水溶液である。

含量 本品は、グルコン酸 ($C_6H_{12}O_7=196.16$) として 50.0~52.0% を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の澄明なシロップ状の液体で、においがなく又はわずかににおいがあり、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→25) 1 mL に塩化鉄(III)-塩化鉄(III)六水和物溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品 1 mL に水 4 mL を加え、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 塩化物 Cl として 0.035% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50 mL)

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.024% 以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、微紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2ml を加え、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

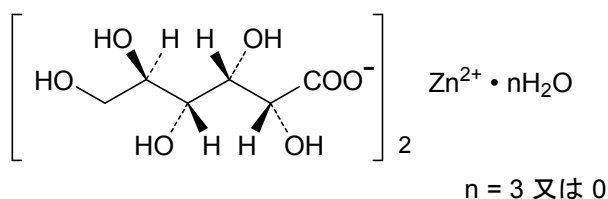
(5) ショ糖又は還元糖 本品 1.0 g を量り、以下「グルコノデルタラクトン」の純度試験(6)を準用する。

強熱残分 0.10% 以下 (5 g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 30 mL 及び 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 40 mL を正確に量って加え、振り混ぜ、20 分間放置した後、過量のアルカリを 0.05mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 19.62mg $C_6H_{12}O_7$

グルコン酸亜鉛
Zinc Gluconate



$C_{12}H_{22}O_{14}Zn \cdot nH_2O$ ($n = 3$ 又は 0)

Monozinc bis(D-gluconate) trihydrate

分子量 3水和物 ~~509.75~~ 509.72

Monozinc bis(D-gluconate) [~~82139-35-3~~4468-02-4]

無水物 ~~455.70~~

455.67

含量 本品を無水物換算したものは、グルコン酸亜鉛 ($C_{12}H_{22}O_{14}Zn$) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) は、亜鉛塩の反応を呈する。

(2) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL を とり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として ~~40.2~~ 2 $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 40mL を加え、時計皿等で覆い、10 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から緑色に変わるまで加える。冷後、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加え、生じた白色沈殿が溶けるまでアンモニア水を加える。この液を分液漏斗に移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、約 150mL とする。酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

~~本品 1.00 g を量り、硝酸 1 mL 及び水 20 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。検液につき、鉛試験法第 2 法により試験を行う。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.03~~ 3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 還元糖 D-グルコースとして 1.0% 以下

本品 1.0 g を量り、250 ~~mL~~ mL の三角フラスコに入れ、水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、~~アルカリ性クエン酸銅試液~~ クエン酸銅 (II) 試液 (アルカリ性) 25 mL を加え、小型のビーカーで蓋をして正確に 5 分間穏やかに煮沸した後、室温まで急冷する。この液に酢酸 (1→10) 25 ~~mL~~ mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素溶液 10 ~~mL~~ mL を正確に量って加え、更に塩酸 (1→4) 10 ~~mL~~ mL 及びデンプン試液 3 ~~mL~~ mL を加えた後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、6.3 ~~mL~~ mL 以上である。

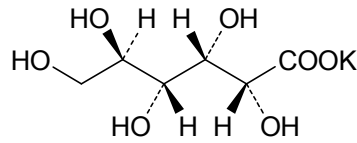
水分 11.6% 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、必要があれば加温して溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 0.1 ~~mL~~ mL)。終点は、液が青色を呈するときとする。更に無水物換算を行う。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ~~mL~~ mL = 22.79 mg $C_{12}H_{22}O_{14}Zn$

グルコン酸カリウム

Potassium Gluconate



$C_6H_{11}KO_7$

分子量 234.25

Monopotassium D-gluconate [299-27-4]

含量 本品を乾燥したものは、グルコン酸カリウム ($C_6H_{11}KO_7$) 97.0~103.0%を含む。

性状 本品は、白~黄白色の結晶性の粉末又は粒で、においはない。

確認試験 (1) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

pH 7.3~8.5 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10~~mL~~)

~~(2) 液性 pH7.3~8.5 (1.0 g, 水 10mL)~~

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

~~(4) (2)~~ 鉛 Pbとして 10~~2~~ μ g/g以下 (1.0~~2.0~~ g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (3)~~ ヒ素 As_2O_3 として 4.0~~3~~ μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(6) (4)~~ 還元糖 D-グルコースとして 0.50%以下

本品 1.0 g を量り、以下「グルコン酸亜鉛」の純度試験 (3) を準用する。過量のヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、8.15~~mL~~以上である。

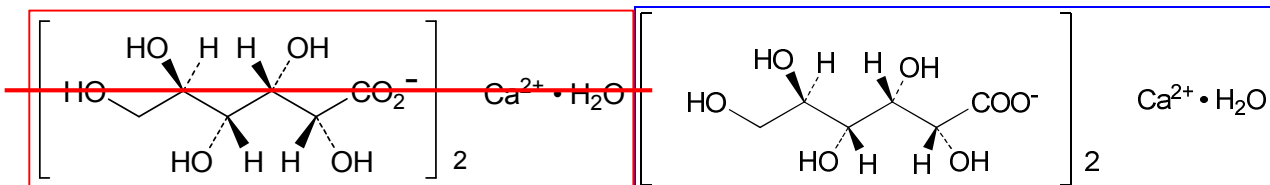
乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 75~~mL~~ を加え、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する (指示薬 キナルジンレッド試液 10滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ~~mL~~ = 23.43mg $C_6H_{11}KO_7$

グルコン酸カルシウム

Calcium Gluconate



$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$

分子量 448.39

Monocalcium bis(D-gluconate)monohydrate [299-28-5, 無水物]

含量 本品を乾燥したものは、グルコン酸カルシウム ($C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$) 98.0~104.0%を

含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒状の粉末で、においがなく、味が無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→40) 1 ~~ml~~ mL に ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~ml~~ mL を とり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 本品の水溶液 (1→40) は、カルシウム塩の反応を呈する。

pH 6.0~8.0(1.0 g, 水 20mL)

本品に水を加え、60°Cに加温して溶かし、冷後、測定する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20~~ml~~ mL を加え、60°Cに加温して溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH6.0~8.0~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20ml を加え、60°Cに加温して溶かし、冷後、測定する。~~

~~(3) (2)~~ 塩化物 Cl として 0.071%以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60~~ml~~ mL)

~~(4) (3)~~ 硫酸塩 SO₄ として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50~~ml~~ mL)

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

~~(6) (5)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 水 5 ~~ml~~ mL を加え、加温して溶かす。この液に硫酸 (3→50) 5 ~~ml~~ mL 及び臭素試液 1 ~~ml~~ mL を加え、水浴上で加熱濃縮して 5 ~~ml~~ mL とし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

~~(7) (6)~~ ショ糖又は還元糖 「グルコノデルタラクトン」の純度試験 (6) を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (80°C, 2 時間)

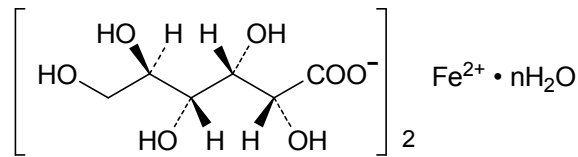
定量法 本品を乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 25~~ml~~ mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 50~~ml~~ mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。ただし、水酸化カリウム溶液 (1→10) 15mL を加えて約 1 分間放置して試験を行う。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ~~ml~~ mL = 22.42mg C₁₂H₂₂CaO₁₄ · H₂O

グルコン酸第一鉄

Ferrous Gluconate

グルコン酸鉄



$n = 2$ 又は 0

$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n=2$ 又は 0)

Monoiron(II)bis(D-gluconate) dehydrate

分子量 2 水和物 482.17

Monoiron(II)bis(D-gluconate) [299-29-6]

無水物 446.14

含量 本品を乾燥したものは、グルコン酸第一鉄 ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14}$) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、黄灰～緑黄色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) は、第一鉄塩鉄(II)塩の反応を呈する。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品1.0gを量り、ろつぼに入れ、硫酸2mLを加えて潤し、徐々に加熱してほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸1mLを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで450～550℃に強熱する。冷後、残留物に塩酸(1→2)5mLを加えて溶かし、分液漏斗に移す。ろつぼは、塩酸(1→2)5mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル40mLずつで2回、次にジエチルエーテル20mLで振り混ぜた後、放置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加えて溶かし、水浴上で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加し、酢酸(1→20)4mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(1) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(2) 第二鉄塩Fe³⁺鉄(III)塩 Fe³⁺として2.0%以下

本品5.0gを量り、水100~~mL~~ mL及び塩酸10~~mL~~ mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム3gを加えて振り混ぜた後、5分間暗所に放置し、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1～3mL)とき、その量は、18~~mL~~ mL以下である。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) シュウ酸塩 本品1.0gを量り、水10~~mL~~ mL及び塩酸2 ~~mL~~ mLを加えて溶かし、分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル50~~mL~~ mL及び20~~mL~~ mLで2回抽出する。抽出液を合わせ、水10~~mL~~ mLを加え、水浴上でジエチルエーテルを留去した後、酢酸1滴及び酢酸カルシウム酢酸カルシウム一水和物溶液(1→20)1 ~~mL~~ mLを加えるとき、5分以内に濁らない。

(5) ショ糖又は還元糖 本品0.5gを量り、水10~~mL~~ mLを加え、加温して溶かし、アンモニア試液1 ~~mL~~ mLを加え、硫化水素を通じた後、30分間放置し、ろ過する。ろ紙上の残留物を水5 ~~mL~~ mLず

つで2回洗い、洗液をろ液に合わせ、塩酸で中和し、更に塩酸（1→4）2 mLを加える。この液を約10 mLに濃縮し、冷後、無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）5 mL及び水20 mLを加えてろ過し、ろ液に水を加えて100 mLとする。この液5 mLにフェーリング試液2 mLを加え、1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄～赤色の沈殿を生じない。

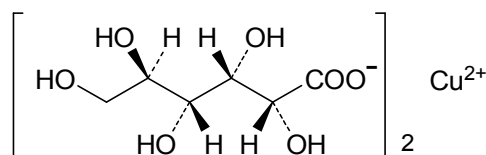
乾燥減量 10.0%以下（105℃、4時間）

定量法 本品を乾燥し、その約1.5 gを精密に量り、水75 mL及び硫酸（1→20）15 mLを加えて溶かし、更に**亜鉛末亜鉛粉末** 0.25 gを加える。20分間放置した後、あらかじめ薄く**亜鉛末亜鉛粉末**を積層したるつぼ型ガラスろ過器（1 G 4）で吸引ろ過し、硫酸（1→20）10 mL、次に水10 mLで残留物を洗い、洗液をろ液に合わせ、~~オルトフェナントロリン試液1~~、10-フェナントロリン試液 2滴を加え、必要があれば吸引ろ過し、直ちに0.1 mol/L硫酸第二セリウム溶液 0.1 mol/L硝酸二アンモニウムセリウム（IV）溶液で滴定する。別に空試験を行い補正する。

~~0.1 mol/L硫酸第二セリウム溶液~~ 0.1 mol/L硝酸二アンモニウムセリウム（IV）溶液 1 mL = 44.61 mg C₁₂H₂₂FeO₁₄

グルコン酸銅

Copper Gluconate



C₁₂H₂₂CuO₁₄

分子量 453.84

Monocopper (II) bis (D-gluconate)

含量 本品は、グルコン酸銅（C₁₂H₂₂CuO₁₄）98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、淡青色の粉末である。

確認試験 (1) 本品は、第二銅塩銅（II）塩 (1) 及び(3)の反応を呈する。

(2) 本品の温水溶液（1→10）5 mLをとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明（1.0 g、水10 mL）

(2) 鉛 Pbとして ~~10.2~~ 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）

~~本品1.0 gを量り、水を加えて20 mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0 mLに水を加えて20 mL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 As₂O₃として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下（0.50 g、第1法標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置B）

本品に水5 mLを加えて溶かし、酢酸2 mL及びヨウ化カリウム1.5 gを加え、5分間放置した後、L（+）-アスコルビン酸0.2 gを加えて溶かし、検液とする。

(4) 還元糖 D-グルコースとして1.0%以下

本品1.0 gを量り、250 mLの三角フラスコに入れ、水10 mLを加えて溶かし、~~アルカリ性クエン酸銅試液~~ クエン酸銅（II）試液（アルカリ性） 25 mLを加え、小型のビーカーで蓋をして正確に5分間穏やかに煮沸した後、室温まで急冷する。この液に酢酸（1→10）25 mLを加え、0.05 mol/Lヨウ素溶液10 mLを正確に量って加え、更に塩酸（1→4）10 mL及びデンプン試

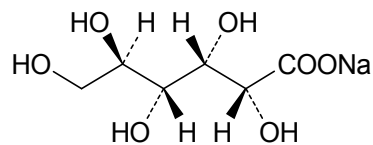
液 3 mL を加えた後、過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、6.3 mL 以上である。

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水約 100 mL を加えて溶かした後、酢酸 2 mL 及びヨウ化カリウム 5 g を加えて溶かし、直ちに密栓して暗所に 5 分間放置する。この液を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で淡黄色を呈するまで滴定し、チオシアン酸アンモニウム 2 g を加えて溶かし、次にデンプン試液 3 mL を加え、更に 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で乳白色を呈するまで滴定する。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 45.38mg $C_{12}H_{22}CuO_{14}$

グルコン酸ナトリウム

Sodium Gluconate



$C_6H_{11}NaO_7$

分子量 218.14

Monosodium D-gluconate [527-07-1]

含量 本品を乾燥したものは、グルコン酸ナトリウム ($C_6H_{11}NaO_7$) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の結晶性の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

pH 6.2~7.8 (1.0 g, 水 10 mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~(2) 液性 pH 6.2~7.8 (1.0 g, 水 10 mL)~~

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

~~(4) (2) 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02.0 g, 第 1 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(5) (3) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~(6) (4) 還元糖 D-グルコースとして 0.50% 以下~~

本品 1.0 g を量り、以下「グルコン酸亜鉛」の純度試験 (3) を準用する。過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、8.15 mL 以上である。

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 2 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 75 mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 キナルジンレッド試液 10 滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 21.81mg $C_6H_{11}NaO_7$

グルタミナーゼ

Glutaminase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。)、酵母 (*Candida* 属に限る。) 又は細菌 (*Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus circulans*, *Bacillus subtilis* に限る。) の培養物より得られた、L-グルタミンを加水分解してL-グルタミン酸とアンモニアを生成する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルタミナーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

グルタミナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0 gを量り、水又は酢酸緩衝液 (0.01mol/L , pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有) を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

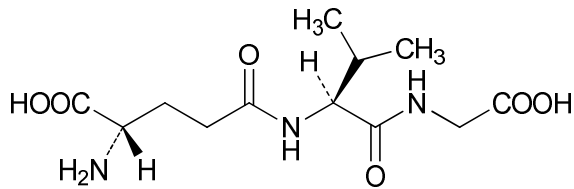
L (+) -グルタミン2.0 gを量り、水70mLを加えて溶かし、pH6.0の酢酸緩衝液 (1mol/L) 10mLを加え、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 1 mLを量り、37°Cの水浴中で5分間加温し、あらかじめ37°Cに加温した基質溶液 1 mLを加えて、直ちに振り混ぜ、更に37°Cで10分間加温した後、過塩素酸 (83→1000) 1 mLを加えて振り混ぜ、直ちに氷水中で1分間以上冷却する。ただし、過塩素酸は濃度60%のものを用いる。この液に水酸化ナトリウム溶液 (3→100) 1 mLを加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液 1 mLを量り、過塩素酸 (83→1000) 1 mLを加えて振り混ぜ、37°Cの水浴中で5分間加温した後、基質溶液 1 mLを加えて振り混ぜ、氷水中で1分間以上冷却する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (3→100) 1 mLを加えて振り混ぜ、比較液とする。L-グルタミン酸測定用試液 3 mLを分注した試験管に、検液及び比較液0.2 mLをそれぞれ加えて振り混ぜ、常温で10分間放置した後、波長600nmにおける吸光度を測定するとき、検液を加えて得られた液の吸光度は比較液を加えて得られた液の吸光度より大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上清について測定する。

グルタミルバリルグリシン

Glutamyl-valyl-glycine
L- γ -Glutamyl-L-valyl-glycine



$C_{12}H_{21}N_3O_6$

分子量 303.31

(2S)-2-Amino-4-{(1S)-1-[(carboxymethyl)carbamoyl]-2-methylpropyl}carbamoylbutanoic acid
[38837-70-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは、グルタミルバリルグリシン ($C_{12}H_{21}N_3O_6$) 95.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白~淡赤色の粉末である。

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、 $3,321\text{cm}^{-1}$ 、 $3,282\text{cm}^{-1}$ 、 $1,712\text{cm}^{-1}$ 、 $1,654\text{cm}^{-1}$ 、 $1,619\text{cm}^{-1}$ 及び $1,541\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $1.0\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 4.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸 (1→4) を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸 (1→4) を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。試料が炭化した後、必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450~600°C で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸 (1→4) 1 mL 及び硝酸 1 mL で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。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。~~

(2) ヒ素 As_2O_3 として $1.00.8\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.5 g, 標準色 ヒ素標準液 4.0mL, 装置B)

~~本品 2.0 g を量り、に水 20 mL を加え、加温し、必要があれば超音波処理して溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 1時間)

定量法 本品及び定量用グルタミルバリルグリシン約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水を加え、正確に 20 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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う。検液及び標準液のグルタミルバリルグリシンのピーク面積A

T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

グルタミンバリングリシン ($C_{12}H_{21}N_3O_6$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物換算した定量用グルタミンバリングリシンの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

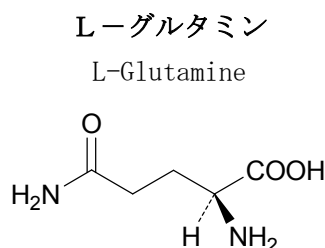
カラム温度 30~40°C の一定温度

移動相 A ~~リン酸=カリウム~~ リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1,000 mL に溶かし、リン酸で pH3.0 に調整する。

移動相 B 移動相 A 400 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 25 分間保持した後、A : B (100 : 0) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 25 分間行う。

流量 1.0 mL / 分



$C_5H_{10}N_2O_3$

分子量 146.14

(2S)-2-Amino-4-carbamoylbutanoic acid [56-85-9]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) 98.0~102.0% を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 「L-アスパラギン」の確認試験(2)を準用する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +6.3 \sim +7.3^\circ$

本品約 4 g を精密に量り、水を加えて加温して溶かし、速やかに冷却した後、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。更に乾燥物換算を行う。

pH 4.5~6.0 (1.0 g, 水 50mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +6.3 \sim +7.3^\circ$~~

~~本品約 4 g を精密に量り、水を加えて加温して溶かし、速やかに冷却した後、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 50 mL)~~

~~(3) 液性 pH4.5~6.0 (1.0 g, 水 50mL)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (~~0.07g~~70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~(5) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

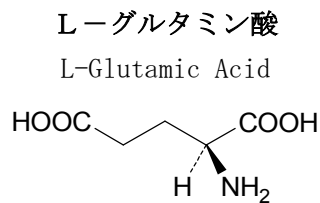
~~(6)(4)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1mL = 14.61mg C₅H₁₀N₂O₃



C₅H₉NO₄

分子量 147.13

(2S)-2-Aminopentanedioic acid [56-86-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-グルタミン酸 (C₅H₉NO₄) 99.0% 以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, わずかに特異な味と酸味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1→1,000) 5mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1mL を加え, 3分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +31.5 \sim +32.5^\circ$ (10g, 塩酸試液 (2mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

pH 3.0~3.5 (飽和溶液)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +31.5 \sim +32.5^\circ$ (10g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 塩酸試液 (2mol/L) 10mL)~~

~~本品 0.50g を量り, 水 50mL を加えて加温しながら溶かし, 検液とする。~~

~~(3) 液性 pH3.0~3.5 (飽和溶液)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30mL)~~

~~(5) 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)~~

(3) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

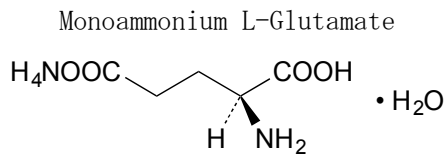
乾燥減量 0.20% 以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.2g を精密に量り, ギ酸 6mL を加えて溶かし, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1mL = 14.71mg C₅H₉NO₄

L-グルタミン酸アンモニウム



$C_5H_{12}N_2O_4 \cdot H_2O$

分子量 182.18

Monoammonium monohydrogen (2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [139883-82-2]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン酸アンモニウム ($C_5H_{12}N_2O_4 \cdot H_2O$) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) を検液とする。別に L-グルタミン酸ナトリウム・L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 溶液 (1→200) を対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 1 ~~μ~~μL ずつ量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2 : 1 : 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 10 cm の高さに上昇した時展開をやめ、風乾する。更に 80°C で 30 分間乾燥した後、ニンヒドリン溶液 (1→500) を均等に噴霧し、80°C 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 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(2) 本品は、アンモニウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.4 \sim +26.4^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)

pH 6.0～7.0 (1.0 g, 水 20mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.4 \sim +26.4^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) 液性 pH6.0～7.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3)(1) 鉛 Pb として 2.0 1 μg/g 以下 (5.0 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(4)(2) ヒ素 As_2O_3 として 2.5 1.9 μg/g 以下 (0.8 0.79 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

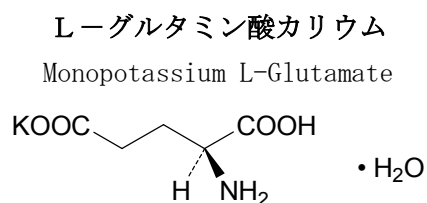
~~(5)(3) ピロリドンカルボン酸 本品 0.50 g を量り、水に溶かして 100 ~~μ~~μL とし、検液とする。別に L-グルタミン酸ナトリウム・L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 0.50 g 及び ピロリドンカルボン酸 DL-2-ピロリドン-5-カルボン酸 2.5mg を量り、水に溶かして正確に 100 ~~μ~~μL とし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 2 ~~μ~~μL ずつ量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、更に 120°C で 30 分間加熱して溶媒を除く。次亜塩素酸ナトリウム 5 ~~μ~~μL の入った 50 ~~μ~~μL のビーカー及びこの薄層板を、別の展開用容器に入れる。このとき、薄層板のガラス面をビーカーに向けるように入れる。ビーカーに塩酸約 2 ~~μ~~μL を静かに加えて 塩素ガス 塩素 を発生させ、展開用容器に蓋をして 20 分間放置する。薄層板を取り出し、10 分間放置した後、エタノール (95) を均一に噴霧し、風乾する。ヨウ化カリウム・デンプン試液を噴霧し、自然光下で観察するとき、検液には、対照液のピロリドンカルボン酸と同位置に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シリカゲルを 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。~~

乾燥減量 0.5%以下 (50°C, 4時間)

強熱残分 0.1%以下 (800°C, 15分)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 9.109mg $C_5H_{12}N_2O_4 \cdot H_2O$



$C_5H_8NKO_4 \cdot H_2O$

分子量 203.23

Monopotassium monohydrogen (2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [6382-01-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-グルタミン酸カリウム ($C_5H_8NKO_4 \cdot H_2O$) 99.0 ~ 101.0%以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異な味があり, 吸湿性がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え, 3分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品は, カリウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +22.5 \sim +24.0^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 乾燥物換算)

pH 6.7~7.3 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +22.5 \sim +24.0^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH 6.7~7.3 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.10%以下 (0.07g/70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

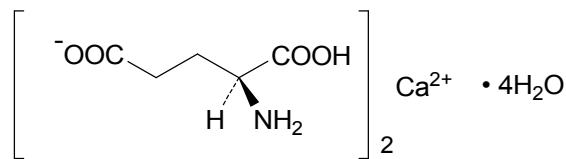
~~(6)(4) ヒ素 As_2O_3 として 2.51.9µg/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.5%以下 (80°C, 5時間)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り, ギ酸 3 mL を加えて溶かし, 非水滴定用酢酸 50 mL を加え, 0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の褐色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 10.16mg $C_5H_8NKO_4 \cdot H_2O$

L-グルタミン酸カルシウム
Monocalcium Di-L-Glutamate



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

分子量 404.38

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

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

性 状 本品は、無~白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

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

pH 6.7~7.3 (1.0 g, 水 10mL)

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

~~(2)(1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH6.7~7.3 (1.0 g, 水 10ml)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.10%以下 (0.070g70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(3) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

~~(6)(4) ヒ素 As_2O_3 として 2.51.9µg/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

水 分 19%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

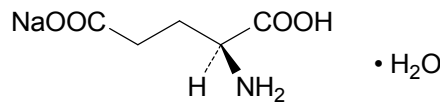
定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り、水約 50 mL を加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約 2 mL を加え、0.02mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3滴)。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に無水物換算を行う。

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

L-グルタミン酸ナトリウム

Monosodium L-Glutamate

グルタミン酸ソーダ



$C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$

分子量 187.13

Monosodium monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [6106-04-3]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン酸ナトリウム ($C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +24.8 \sim +25.3^\circ$ (10 g, 塩酸試液 (2 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

pH 6.7～7.2 (1.0 g, 水 20 mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +24.8 \sim +25.3^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→5), 100 mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1)~~ 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(3) 液性 pH 6.7～7.2 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(4) (2)~~ 塩化物 Cl として 0.041%以下 (0.30 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.35 ~~mL~~ mL)

~~(5) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(3)~~ 鉛 Pb として 1 μ g/g 以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6) (4)~~ ヒ素 As_2O_3 として 2.51.9 μ g/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

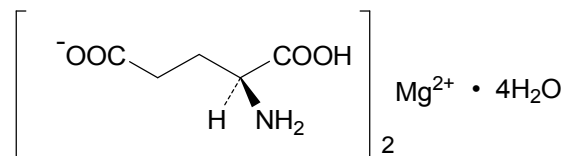
乾燥減量 0.5%以下 (97～99°C, 5時間)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 9.356 mg $C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$

L-グルタミン酸マグネシウム

Monomagnesium Di-L-Glutamate



$C_{10}H_{16}N_2MgO_8 \cdot 4H_2O$

分子量 388.61

Monomagnesium bis[monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate] tetrahydrate

[129160-51-6]

含量 本品を無水物換算したものは、L-グルタミン酸マグネシウム ($C_{10}H_{16}N_2MgO_8 = 316.55$) 95.0～105.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ mL を加え、

3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、マグネシウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +28.8 \sim +30.7^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)

pH 6.5~7.5 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +28.8 \sim +30.7^\circ$ (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH6.5~7.5 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.10%以下 (0.070g70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1 μ g/g 以下 (4.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固した後, 残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 穏やかに5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

~~(6) (4) ヒ素 As₂O₃ として 2.51.9 μ g/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

水分 24%以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

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

0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 6.331mg C₁₀H₁₆N₂MgO₈

クロロフィル

Chlorophyll

定義 本品は, 緑色植物より得られた, クロロフィル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_{1cm}^{10%}) は 600 以上で, その表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は, 緑~暗緑色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から, 色価 600 に換算して 1 g に相当する量を とり量り, ヘキサン 100mL を加えて溶かした液は, 緑色を呈し, 塩酸 0.5mL を加えて振り混ぜるとき, 液の色は帯緑黄色に変わる。

(2) 本品の表示量から, 色価 600 に換算して 1 g に相当する量を とり量り, 酢酸エチル 100mL を加えて溶かした液は, 赤色の蛍光を発する。

(3) 本品にヘキサンを加えて溶かした液は, 波長 410~430nm 及び 660~670nm の両者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 1 g に相当する量を とり量り, ヘキサン 30mL を加えて溶かし, 検液とする。検液 2 μ L を量り, 対照液を用いず, ヘキサン/アセトン/~~tert~~ ブタノール 2-メチル-2-プロパノール 混液 (10:1:1) 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、風乾するとき、Rf 値が 0.3 付近、0.4 付近及び 0.65 付近に黄緑色（クロロフィル b）、緑色（クロロフィル a）及び灰色（フェオフィチン）のスポットを認め、これらのスポットは、暗所で紫外線（波長 366nm 付近）を照射するとき、赤色の蛍光を発する。また、Rf 値が 0.25 及び 0.95 付近に黄色（キサントフィル）及び黄だいたい色（β-カロテン）のスポットを認め、これらのスポットは、暗所で紫外線（波長 366nm 付近）を照射するとき、蛍光を発しない。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シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

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

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~10.5~~ 5 µg/g 以下 (~~1.0~~ 0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 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)

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 ヘキサン

測定波長 波長 660～670nm の極大吸収部

ケイ酸カルシウム

Calcium Silicate

Calcium Silicate [1344-95-2]

定義 本品は、二酸化ケイ素と酸化カルシウムの化合物である。

含量 本品を乾燥したものは、二酸化ケイ素 (SiO₂=60.08) として 50.0～95.0%、酸化カルシウム (CaO=56.08) として 3.0～35.0% を含む。

性状 本品は、白～灰白色の微粉末で、吸湿性がある。

確認試験 (1) 本品 0.5 g を無水炭酸ナトリウム 0.2 g 及び無水炭酸カリウム 2 g と混合する。この混合物を白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、完全に融解するまで加熱する。冷後、水 5 mL を加え、約 3 分間放置した後、ろつぼの底を弱く加熱し、融塊をはがし、水約 50 mL を用いてビーカーに移す。これに泡が生じなくなるまで、少量ずつ塩酸を加える。更に、塩酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。冷後、これに水 20 mL を加えて煮沸し、ろ過する。ろ紙上のゲル状の残留物を白金皿に移し、フッ化水素酸 5 mL を加えるとき溶ける。この溶液を加熱しながら、ガラス棒の先に水 1 滴を付けたものをその蒸気中に入れるとき、水滴は曇る。

(2) (1) のろ液にメチルレッド試液 2 滴を加え、アンモニア試液で中和した後、希塩酸 10% 塩酸試液を滴下加して酸性とする。これにシュウ酸アンモニウム・シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (7→200) を加えるとき、白色顆粒状の沈殿が生じる。この沈殿を分離し、一部に酢酸を加えるときは溶けないが、他の一部に塩酸を加えるときは溶ける。

pH 8.4～12.5 (5% 懸濁液)

純度試験 ~~(1) 液性 pH 8.4～12.5 (5% 懸濁液)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (5.0 g, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

本品 5.0 g を正確に量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1→4) 50 mL を加えてかくはんする。時

計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させ煮沸した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過し、50mLのメスフラスコに入れる。ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水塩酸(1→4)を加えて正確に50mLとし、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、塩酸(1→4)を加えて20mLとし、比較液とする。~~比較液は、鉛標準液5mLを量り、塩酸(1→4)を加えて100mLとする。~~検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(~~フレイム方式~~)により吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下なるである。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 217nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

~~(2)~~ (2) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 $\mu\text{g/g}$ 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(2)~~ (1)の検液 5mLを正確に量り、検液とする。装置Bを用いる。

~~(4)~~ (3) フッ化物 Fとして 50 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品 2gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 40mLを加える。この液を15分間かくはんした後、懸濁液を50mLのメスフラスコに移し、水を加えて50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液 30mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 15mLを加え、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ110°Cで2時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200mLを加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて1,000mLとし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液 2mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000mLとする。この液 30mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 15mLを加え、比較液とする。

乾燥減量 10.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱減量 5.0~14.0% (1,000°C, 恒量, 乾燥物)

定量法 (1) 二酸化ケイ素 本品を乾燥させ、その約0.4gを精密に量り、ビーカーに入れ、水 5mLと過塩素酸 10mLを加え、白煙が生じるまで加熱する。ビーカーを時計皿で覆い、更に15分間加熱する。冷後、水 30mLを加えて定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、残留物を熱湯 200mLで洗う。ろ液と洗液を合しA液とする。ろ紙上の残留物をろ紙と共に白金製のろつぼに入れてゆっくりと加熱する。ろ紙が炭化した後冷却し、硫酸数滴を加えて約1,300°Cで恒量になるまで強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量 W_M (g) を量る。残留物に硫酸 5滴とフッ化水素酸 15mLを加え、約1,000°Cで恒量になるまで加熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量 w_m (g) を量り、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{W_M \text{ (g)} - w_m \text{ (g)}}{\quad} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

試料の採取量 (g)

(2) 酸化カルシウム (1)で得たA液を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和し、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 15~~mL~~mL 及びNN指示薬 0.3 g を加え、0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となる時とする。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1~~mL~~mL=2.804mgCaO

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

Magnesium silicate [1343-88-0]

定義 本品は、ケイ酸ナトリウムと可溶性マグネシウム塩の沈殿反応によって製造される、酸化マグネシウムと二酸化ケイ素のモル比が約2：5の合成化合物である。

含量 本品を強熱物換算したものは、酸化マグネシウム (MgO=40.30) として15.0%以上、二酸化ケイ素 (SiO₂=60.08) として67.0%以上を含む

性状 本品は、白色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品0.5gに希塩酸-10%塩酸試液 10~~mL~~mLを加えてかくはんした後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中和した液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム4水和物リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の結晶を載せ、ブンゼンバーナーの炎中で加熱し、融解球をつくる。この融解球に本品を付け、再び融解するとき、融解球中に不溶解の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。

pH 7.0~11.0 (10%懸濁液)

純度試験 ~~(1) 液性 pH7.0~11.0 (10%懸濁液)~~

~~(2)~~ (1) 水可溶物 3.0%以下

本品約10.0gを量り、ビーカーに入れ、水150~~mL~~mLを加え、時計皿で覆い、穏やかに15分間煮沸する。冷後、蒸発した水を補い、15分間放置した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、ろ過を繰り返す。ろ液75~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~mLとし、A液とする。A液50~~mL~~mLを正確に量り、あらかじめ質量を量った白金皿に入れ、蒸発乾固し、450~550℃で3時間強熱し、冷後、残留物の質量を量るとき、その値は~~0.075g~~75mgを超えない。

~~(3)~~ (2) 遊離アルカリ NaOHとして1.0%以下

~~(2)~~ (1)のA液20~~mL~~mLにフェノールフタレイン試液2滴を加える。液の色が消えるまで0.1mol/L塩酸を加えるとき、その消費量は2.5~~mL~~mL以下である。

~~(4)~~ (3) フッ化物 Fとして10µg/g以下

本品2.0gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水60~~mL~~mLを加えて15分間かくはんした後、懸濁液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。懸濁液50~~mL~~mLを毎分約5,000回転で15分間遠心分離し、上澄液20~~mL~~mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリリス試液10~~mL~~mLを加え、検液とする。~~電位を比較電極及び~~指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化

銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200 mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液 2 mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 10 mL を加え、比較液とする。

~~(5)~~(4) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (5.0 g, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

本品 ~~5.0 g~~ を正確に量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1 → 4) 50 mL を加えてかくはんする。時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させ煮沸した後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いて吸引ろ過し、50 mL のメスフラスコに入れる。ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水塩酸 (1 → 4) を加えて正確に 50 mL とし、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、塩酸 (1 → 4) を加えて 20 mL とし、比較液とする。~~比較液は、鉛標準液 5 mL を量り、塩酸 (1 → 4) を加えて 100 mL 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法 ~~(フレーム方式)~~ により吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下となるのである。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ
分析線波長 217nm
支燃性ガス 空気
可燃性ガス アセチレン

~~(6)~~(5) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.03~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、塩酸 (1 → 4) 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液をとり、残留物に塩酸 (1 → 4) 5 mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わせる。更に水 10 mL を加え、同様の操作を行い、洗液を上澄液に合わせ、水浴上で加熱濃縮して 5 mL とし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 15% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱減量 15% 以下 (乾燥物, 900 ~ 1,000°C, 20 分間)

定量法 (1) 酸化マグネシウム 本品約 1.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸 50 mL を正確に量って加え、水浴上で 1 時間加熱する。室温まで冷却した後、メチルオレンジ試液を加え、過量の ~~酸硫酸~~ 硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

酸化マグネシウム (MgO) の含量 (%)

$$(a - b) \times 2.015$$

$$= \frac{\quad}{\quad} (\%)$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times (1 - \text{乾燥減量 (\%)}) / 100 \times (1 - \text{強熱減量 (\%)}) / 100$$

ただし、a：空試験における1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~)

b：本試験における1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~)

- (2) 二酸化ケイ素 本品約0.7 gを精密に量り、ビーカーに入れ、硫酸(3→100) 20~~mL~~を加え、水浴上で90分間加熱する。上澄液をメンブランフィルター(孔径0.1 μ m)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過し、ビーカー中の残留物に熱湯10~~mL~~を加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ過する。更に、ビーカー中の残留物を同様に熱湯10~~mL~~ずつで2回洗い、上澄液を傾斜してろ過する。次に、ビーカー中の残留物に水25~~mL~~を加えて水浴上で15分間加熱した後、残留物をメンブランフィルター上に移し、洗液が硫酸塩(1)の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗い、メンブランフィルター上の残留物をメンブランフィルターとともに白金製のろつぼに入れ、乾燥するまで加熱し、灰化し、30分間強熱し、冷後、その質量 WM_1 (g)を量る。残留物を水で潤し、フッ化水素酸6 ~~mL~~及び硫酸3滴を加え、蒸発乾固した後、5分間強熱し、冷後その質量 WM_2 (g)を量り、次式により含量を求める。

二酸化ケイ素(SiO₂)の含量(%)

$$= \frac{WM_1 - WM_2}{\text{試料の採取量 (g)} \times (1 - \text{乾燥減量}(\%) / 100) \times (1 - \text{強熱減量}(\%) / 100)} \times 100(\%)$$

ケイソウ土

Diatomaceous Earth

定義 本品は、ケイソウに由来する二酸化ケイ素で、乾燥品、焼成品及び融剤焼成品があり、それぞれをケイソウ土(乾燥品)、ケイソウ土(焼成品)及びケイソウ土(融剤焼成品)と称する。

焼成品は、800~1,200℃で焼成したものであり、融剤焼成品は、少量の炭酸のアルカリ塩を添加して800~1,200℃で焼成したものである。融剤焼成品のうち酸洗い品については、焼成品の規定(性状を除く)を準用する。

性状 乾燥品は、類白~淡灰色の粉末であり、焼成品は、淡黄~淡だいたい色又は~~紅赤~~~淡褐色の粉末であり、融剤焼成品は、白~淡赤褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.2 gを白金製のろつぼにとり、フッ化水素酸5 ~~mL~~を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

(2) 本品を100~200倍の顕微鏡で観察するとき、特有な多孔質のケイソウ骨格を認める。

~~純度試験 (1) 液性~~ pH 乾燥品及び焼成品 pH5.0~10.0 融剤焼成品 pH8.0~11.0

本品を乾燥し、その10.0 gを量り、水100~~mL~~を加え、かくはん機を用いてかき混ぜながら、更に蒸発する水を補いながら、2時間穏やかに煮沸する。冷後、直径47mmのメンブランフィルター(孔径0.45 μ m)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100~~mL~~とし、~~A液検液~~とする。~~A液につき測定する。~~

~~純度試験 (1) (2)~~ 水可溶物 0.50%以下

~~(1) pHのA液検液~~ 50~~mL~~を量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3)(2)~~ 塩酸可溶物 2.5%以下

本品を乾燥し、その2.0gを量り、塩酸(1→4) 50~~mL~~mLを加え、時々振り混ぜながら50℃で15分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸(1→4) 3~~mL~~mLで洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸(1→20) 5~~mL~~mLを加えて蒸発乾固し、更に恒量になるまで450～550℃で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(4) 重金属 Pbとして50 μ g/g以下~~

~~本品2.0gを量り、塩酸(1→4) 50mLを加え、時計皿で覆い、かくはんしながら70℃で15分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯10mLずつを用いて3回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水15mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて100mLとし、B液とする。B液20mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20) 2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、更に水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとする。~~

~~(5)(3)~~ 鉛 Pbとして10 μ g/g以下 (0.40g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(4)のB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10mL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20mL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。~~

~~(6)(4)~~ ヒ素 As₂O₃として~~107.5~~107.5 μ g/g以下 (2.0g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4)のB液本品に塩酸(1→4) 50mLを加え、時計皿で覆い、かくはんしながら70℃で15分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯10mLずつを用いて3回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水15mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて100mLとし、この液10~~mL~~mLを量り、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 乾燥品 10.0%以下 (105℃, 2時間)

焼成品及び融剤焼成品 3.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱減量 本品を105℃で2時間乾燥した後、これを試料とし、直ちに試験を行う。

乾燥品 7.0%以下 (1~~000~~000℃, 30分間)

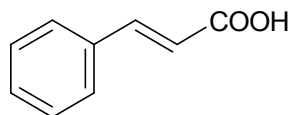
焼成品及び融剤焼成品 2.0%以下 (1~~000~~000℃, 30分間)

フッ化水素酸残留物 25.0%以下

あらかじめ白金製のろつぼを1~~000~~000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品約0.2gを精密に量り、先の白金製のろつぼに入れ、質量を精密に量る。次にフッ化水素酸5~~mL~~mL及び硫酸(1→2) 2滴を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固し、冷後、残留物にフッ化水素酸5~~mL~~mLを加え、蒸発乾固した後、550℃で1時間加熱し、更に徐々に温度を上げ、1~~000~~000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

ケイ皮酸

Cinnamic Acid



$C_9H_8O_2$

分子量 148.16

(2E)-3-Phenylprop-2-enoic acid [140-10-3]

含量 本品を乾燥したものは、ケイ皮酸 ($C_9H_8O_2$) ~~99.0~~98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル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。

~~(1) 本品 0.5 g に硫酸 1ml を加え、水浴中で加熱して溶かした液は、黄緑色となり、加熱を続けるとき、暗赤色に変わる。~~

~~(2) 本品 0.1 g に水酸化カリウム溶液 (1→15) 2ml を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 5ml を加えて温湯中で加温するとき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。~~

純度試験 (1) ~~融点~~ 融点 132~135°C132°C以上

~~(2) 溶状 澄明 (1.0 g, エタノール, 7.0ml)~~

~~澄明 (0.20 g, 無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 2.0ml 及び水 8.0ml)~~

~~(3) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及びエタノールを加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及びエタノール (を加えて 50ml とする。~~

~~(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.0µg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 装置 B)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

乾燥減量 ~~1.0% 以下 (4 時間)~~

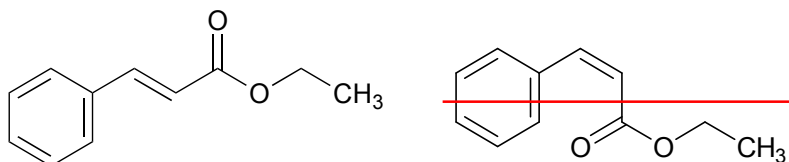
強熱残分 ~~0.05% 以下~~

定量法 ~~本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、中和エタノール 10ml 及び水 10ml を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。~~
~~0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1ml = 14.82mg $C_9H_8O_2$~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

ケイ皮酸エチル

Ethyl Cinnamate



$C_{11}H_{12}O_2$

分子量 176.21

Ethyl (2E)-3-phenylprop-2-enoate [~~103-36-6~~4192-77-2]

含 量 本品は、ケイ皮酸エチル (C₁₁H₁₂O₂) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

~~本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で加熱するとき、本品は溶け、白色の沈殿を生じ、特有のにおいはなくなる。温時、水 10ml を加えるとき、この沈殿は溶ける。この液を硫酸 (1→20) で酸性とするととき、白色の結晶性の沈殿を生じる。~~

屈折率 $n_D^{20}=1.558\sim 1.562$

比 重 $d_{25}^{25}=1.044\sim 1.051$

純度試験 (1) ~~屈折率~~ $n_D^{20}=1.559\sim 1.561$

~~(2) 比重 1.049～1.052~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

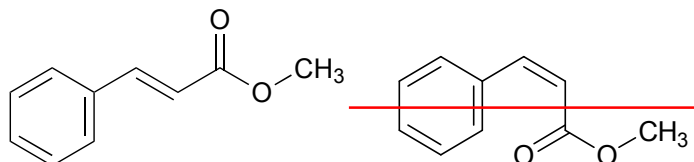
定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱前に水 5ml を加える。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=88.11mg C₁₁H₁₂O₂~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

ケイ皮酸メチル

Methyl Cinnamate



C₁₀H₁₀O₂

分子量 162.19

Methyl (2E)-3-phenylprop-2-enoate [~~103-26-41754-62-7~~]

含 量 本品は、ケイ皮酸メチル (C₁₀H₁₀O₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の固体で、マツタケようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

~~本品 1g にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で加熱するとき、本品は溶け、白色の沈殿を生じ、マツタケようのにおいはなくなる。温時、10ml を加えるとき、この沈殿は溶ける。この液を硫酸 (1→20) で酸性とするととき、白色の結晶性の沈殿を生じる。~~

融 点 33℃以上

純度試験 (1) ~~凝固点 33.8℃以上~~

~~(2) 溶状 ほとんど澄明~~

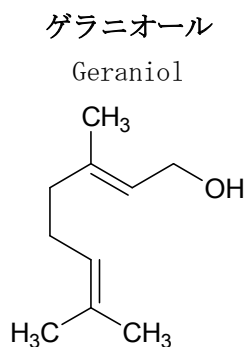
~~本品 1.0g を量り、70vol%エタノール 3.0ml を加え、40℃に加温して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約0.9gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱前に水5mlを加える。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=81.09mg-C₁₀H₁₈O₂~~

本品のアセトン溶液（1→10）を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。



C₁₀H₁₈O

分子量 154.25

(2E)-3,7-dimethylocta-2,6-dien-1-ol [106-24-1]

含量 本品は、グラニオール（C₁₀H₁₈O）85.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品1 mLに無水酢酸1 mL及びリン酸1滴を加えて10分間微温に保った後、水1 mLを加え、温湯中で5分間振り混ぜる。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）で微アルカリ性とするとき、酢酸ゲラニルのにおいを発する。

屈折率 $n_D^{20}=1.469\sim1.478$

比重 $d_{20}^{20}=0.870\sim0.885$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.469\sim1.478$~~

~~(2) 比重 0.870～0.885~~

(1) 酸価 1.0以下（香料試験法）

~~(3)(2)~~ 溶状 澄明（1.0 mL, 70vol%エタノール 3.0 mL）

~~(4) 酸価 1.0以下（香料試験法）~~

~~(5)(3)~~ エステル価 3.0以下（5.0 g, 香料試験法）

~~(6)(4)~~ アルデヒド類 本品約5 gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量するとき、0.5mol/L塩酸の消費量は、0.65 mL以下である。ただし、放置時間は、15分間とする。

定量法 本品は、香料試験法中のアルコール類含量の第1法により定量する。ただし、アセチル化油約1 gを用いる。

合成膨張剤

Baking Powder

一剤式合成膨張剤

性状 本品は、白～灰白色の粉末又は粉末の集まった崩れやすい塊である。

pH 5.0～8.5

本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、水浴中で泡立たなくなるまで加熱し、冷却した液について測定する。

純度試験 (1) 硝酸不溶物 2.0%以下

本品 5.0 g を量り、水 30 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、不溶物をろ過し、二酸化炭素を十分に吹き込んだ水でよく洗う。次に、ろ紙の底に穴をあけ、不溶物を硝酸 (1→10) 40 mL でビーカーに流し込み、1 分間煮沸する。冷後、定量用ろ紙 (5 種 B) でろ過し、洗液が酸性を呈さなくなるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに質量を精密に量った磁製のるつぼに入れ、恒量になるまで約 550°C で強熱し、その質量を量る。

~~(2) 液性 pH5.0～8.5~~

~~本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、水浴中で泡立たなくなるまで加熱し、冷却した液について測定する。~~

~~(3)(2) 重金属~~ 本品の少量を量り、加熱し、炭化するときは(i)により、炭化しないときは(ii)により試験を行う。

(i) Pbとして40µg/g以下 (0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL)

(ii) Pbとして40µg/g以下

本品 2.0 g を量り、硝酸 5 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱し、冷後、水 5 mL を加え、ろ過し、ろ紙上の残留物を水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。この液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、液がわずかに紅赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えた後、塩酸 (1→4) 5 mL を加える。次にアンモニア試液で pH2.5～3.5 とした後、酢酸 (1→20) 8 mL 及び水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL を量り、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(4)(3) ヒ素~~ 本品の少量を量り、加熱し、炭化するときは(i)により、炭化しないときは(ii)により試験を行う。

(i) As_2O_3 として 4.03 µg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(ii) As_2O_3 として 4.03 µg/g以下 (5.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~5.0 g~~ を量り、100 mL のフラスコに入れ、水 10 mL を加え、泡立たなくなるまで加熱した後、塩酸 (1→4) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和する。次に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 5 mL を量り、~~亜硫酸亜硫酸水~~ 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。~~ただし、アンモニア水又はアンモニア試液で中和するときは、液を pH2.5～3.5 に調整する。

~~(5)(4) ガス発生量~~ 発生ガスの測定を行うとき、その量は、70 mL 以上である。

二剤式合成膨脹剤

使用時の混合割合に混和した本品につき、「一剤式合成膨脹剤」の規定を準用する。

アンモニア系合成膨脹剤

「一剤式合成膨脹剤」の規定を準用する。ただし、~~純度試験(2)液性は、~~pHは6.0～9.0とし、純度試験~~(5)(4)~~のガス発生量の測定には置換溶液として水を用いて行う。

酵素処理イソクエルシトリン

Enzymatically Modified Isoquercitrin

糖転移イソクエルシトリン

定義 本品は、「ルチン酵素分解物」とでん粉又はデキストリンの混合物に、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。主成分は α -グルコシルイソクエルシトリンである。

含量 本品を乾燥したものは、 α -グルコシルイソクエルシトリンをルチン($C_{27}H_{30}O_{16}=610.52$)として60.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～黄だいたい色の粉末、塊又はペースト状で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgを水10~~mL~~に溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、~~塩化鉄(III)-塩化鉄(III)六水和物~~溶液(1→50)1～2滴を加えるとき、液の色は、黒褐色に変わる。

(2) 本品5mgを水5~~mL~~に溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、塩酸2~~mL~~及び~~マダネシウム末~~マダネシウム粉末0.05g50mgを加えるとき、液の色は、徐々にだいたい～赤色に変わる。

(3) 本品0.1gを0.5mol/L硫酸硫酸試液(0.5mol/L)100~~mL~~に溶かし、2時間煮沸し、冷却するとき、黄色の析出物を生じる。

(4) 本品0.01g10mgをリン酸溶液(1→1,000)500~~mL~~に溶かした液は、波長255nm付近及び350nm付近に極大吸収部がある。

(5) 本品0.1gを水20~~mL~~に溶かし、検液とする。検液5 ~~μ L~~につき定量用ルチン~~の~~メタノール溶液(1→20)2 ~~μ L~~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値を示す褐色のスポットを認め、また定量用ルチンの主スポットと同じ、又は小さいRf値を示す褐色のスポットを複数認める。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担体とし、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10 μ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As₂O₃として2.01.5 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 50.0%以下(135℃, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.05g50mgを精密に量り、水に溶かして正確に100~~mL~~とする。必要があればろ過する。この液4~~mL~~を正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)を加えて正確に100~~mL~~とし、検液とする。別に定量用ルチンを135℃で2時間乾燥し、その約0.05g50mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100~~mL~~とする。この液4~~mL~~を正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)

を加えて正確に 100 ~~mL~~ 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、次式によりルチンとして α -グルコシルイソクエルシトリンの含量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシルイソクエルシトリンの含量 (ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{として)} \quad (\%)$$

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

酵素処理ヘスペリジン

Enzymatically Modified Hesperidin

糖転移ヘスペリジン

糖転移ビタミンP

定義 本品は、柑橘類の果皮、果汁又は種子より、アルカリ性水溶液で抽出して得られるヘスペリジンに、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。

含量 本品を乾燥したものは、総ヘスペレチン配糖体として 30.0%以上を含む。

性状 本品は、ごくうすい黄～黄褐色粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5mg を水 10 ~~mL~~ に溶かし、~~希塩化鉄(III)試液 0.2w/v%塩化鉄(III)試液~~ 1～2滴を加えるとき、液は、褐色を呈する。

(2) 本品 0.5 g を水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) 100 ~~mL~~ に溶かし、検液とする。別に定量用モノグルコシルヘスペリジン ~~0.05g~~ 50mg を水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) 250 ~~mL~~ に溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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うとき、本品はモノグルコシルヘスペリジンの位置に波長 280～286nm に極大吸収部を有するピークを認める。

操作条件

検出器 フォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 280nm, 200～400nm)

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

カラム管 内径 3.9～4.6mm, 長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (0.5 g, 水 100 ~~mL~~)

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

~~(3)~~ (2) 鉛 Pb として ~~10~~ 2 μ g/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~ (3) ヒ素 As ~~2~~ 1.5 μ g/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (2.7kPa 以下, 120℃, 2時間)

定量法 (1) ヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの定量

乾燥した本品約 1 g を精密に量り、水 100 mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50 mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1 分間に 2.5 mL 以下の速さで流出させた後、水 250 mL で洗浄する。次に、50 vol% エタノール 200 mL を 1 分間に 2.5 mL 以下の速さで流し、吸着画分を溶出する。この溶出液を濃縮して全量を約 40 mL とする。この液にグルコアミラーゼ 10,000 単位を添加し、55°C で正確に 30 分間放置する。更に 95°C で 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 50 mL とし、A 液とする。この液 3 mL を正確に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジン約 0.05 g (50 mg) 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 250 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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う。検液のヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積 A_{TH} 及び A_{TM} 並びに標準液のモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積 A_S を測定し、次式によりヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの含量を求める。ただし、モノグルコシルヘスペリジンに対するヘスペリジンの相対保持時間は約 1.1 である。

ヘスペリジンの含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TH}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 0.790 \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} (\%)$$

モノグルコシルヘスペリジンの含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TM}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 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 3.9~4.6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基量の定量

定量法(1)で得られた A 液を検液とする。検液 20 µL を量り、D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、37°C で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後、波長 505nm における吸光度を測定する。対照液には、水 20 µL を用いて検液の場合と同様に操作して調製した液を用いる。空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、水約 40 mL にグルコアミラーゼ 10,000 単位を添加し、55°C に 30 分間放置した後、95°C で約 30 分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に 50 mL とした液とする。空試験液を検液と同様に操作して吸光度を測定する。別にブドウ糖 D (+) -グルコース約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL, 10 mL, 20 mL 及び 30 mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。この標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成

する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中の ~~β-D~~グルコース-D (+) -グルコース 濃度を求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基量を求める。

$$\frac{\text{検液中の } \underline{\beta\text{-グルコース-D (+) -グルコース}} \text{ (mg/mL)} \times 50}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100 \text{ (\%)} -$$

(3) 総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物)

次の計算式により総ヘスペレチン配糖体の含量を求める。

総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物) (%) = ヘスペリジンの含量 (%) + モノグルコシルヘスペリジンの含量 (%) + グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基量 (%)

酵素処理ルチン (抽出物) (新規)

Enzymatically Modified Rutin (Extract)

糖転移ルチン (抽出物)

定義 本品は、ルチン (抽出物) (アズキ (*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi) の全草, エンジュ (*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) 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。) から得られた, α-グルコシルルチンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、クエルセチン配糖体 (α-グルコシルルチン, ルチン及びイソクエルシトリン) を 70.0% 以上含み, α-グルコシルルチンを 50.0% 以上含む。

性状 本品は、黄～黄褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 5mg に水 10mL を加えて溶かし、塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→50) 1～2 滴を加えるとき、液は褐～黒褐色を呈する。

(2) 本品約 0.2g を量り、定量法の操作条件に示す移動相に溶かして 100mL とし、検液とする。別にモノグルコシルルチン 10mg を量り、移動相に溶かして 10mL 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、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液には標準液のモノグルコシルルチンのピークと保持時間の一致するピークを認め、このピークの測定波長 200～400nm の吸収スペクトルを標準液のモノグルコシルルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (0.5g, 水 100mL)

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

乾燥減量 6.0% 以下 (2.7kPa 以下, 120°C, 2時間)

定量法 (1) グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量

乾燥した本品約 0.5g を精密に量り、水 50mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1分間に 2.5mL 以下の速さで流出させた後、水 250mL で洗浄する。次に、80vol% エタノール 200mL を 1分間に 2.5mL 以下の速さで流し、吸着画分を溶出する。この溶出液を濃縮して全量を約 40mL とする。この液にグルコアミラーゼ 50000 単

位を添加し、55°Cで約 60 分間放置する。更に 95°Cで 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 100mL とし、A液とする。この液 5mL を正確に量り、操作条件に示す移動相を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に乾燥した定量用ルチン約 20mg を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準液 1 とする。また、モノグルコシルルチン約 10mg を量り、移動相に溶かして 10mL とし、標準液 2 とする。イソクエルシトリン約 10mg を量り、少量のメタノールに溶かした後、移動相を加えて 10mL とし、標準液 3 とする。検液及び標準液 1、2 及び 3 をそれぞれ 10 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のルチン、モノグルコシルルチン及びイソクエルシトリンを標準液との保持時間の比較により同定し、それぞれのピーク面積 A_{TR} 、 A_{TM} 及び A_{TI} 並びに標準液 1 のルチンのピーク面積 A_S を測定し、次式によりグルコアミラーゼ処理後のルチン、モノグルコシルルチン及びイソクエルシトリンの量を求め、更にグルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量を求める。

グルコアミラーゼ処理後のルチンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TR}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のモノグルコシルルチンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TM}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 1.266 \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のイソクエルシトリンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TI}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 0.7606 \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量 (%)

$$= \text{グルコアミラーゼ処理後のルチンの量 (\%)} \\ + \text{グルコアミラーゼ処理後のモノグルコシルルチンの量 (\%)} \\ + \text{グルコアミラーゼ処理後のイソクエルシトリンの量 (\%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 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 3.9~4.6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1)

流量 0.5mL/分

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α -グルコシル残基の量

定量法(1)で得られたA液を検液とする。検液 20 μ L を量り、D-グルコース定量用発色試液 3mL

を正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に5分間放置する。室温まで冷却した後、波長505nmにおける吸光度を測定する。対照には、水20μLを用いて検液と同様に操作した液を用いる。空試験を行い、補正する。ただし、空試験液は、水約40mLにグルコアミラーゼ50000単位を添加し、55℃で約60分間放置した後、更に95℃で30分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に100mLとした液とする。空試験液を検液と同様に操作して吸光度を測定する。別にD(+)-グルコース約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100mLとする。この液5mL、10mL、20mL、30mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。この標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。検液中のD-グルコース濃度を検量線から求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離するα-グルコシル残基の量を求める。

$$\frac{\text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)}}{\text{検液中のD-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 100} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100$$

(3) クエルセチン配糖体含量

次式の計算式によりクエルセチン配糖体含量を求める。

$$\frac{\text{クエルセチン配糖体含量 (乾燥物) (\%)}}{\text{グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量 (\%)}} = \frac{\text{クエルセチン配糖体含量 (乾燥物) (\%)}}{\text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)}}$$

(4) α-グルコシルルチン含量

本品約0.2gを精密に量り、(1)の操作条件に示す移動相に溶かして正確に100mLとし、検液とする。検液、(1)の標準液1及び3をそれぞれ10μLずつ量り、(1)と同様の条件でルチン及びイソクエルシトリンのピーク面積を測定し、次式によりルチン及びイソクエルシトリンの量を求め、更にα-グルコシルルチン含量を求める。

$$\frac{\text{ルチンの量 (\%)}}{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TR}}{A_S} \times 100$$

$$\frac{\text{イソクエルシトリンの量 (\%)}}{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TI}}{A_S} \times 0.7606 \times 100$$

$$\frac{\alpha\text{-グルコシルルチン含量 (\%)}}{\text{クエルセチン配糖体含量 (\%) - ルチンの量 (\%) - イソクエルシトリンの量 (\%)}}$$

酵素分解カンゾウ (新規)

Enzymatically Hydrolyzed Licorice Extract

定義 本品は、カンゾウ抽出物（ウルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* Fisch. ex DC.), チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin), ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.), 又はそれらの近縁植物の根又は根茎から得られた, グリチルリチン酸を主成分とするものをいう。)を酵素分解して得られたグリチルレチン酸3-O-グルクロニドを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは, グリチルレチン酸配糖体として40%以上を含み, グリチルレチン酸3-O-グルクロニドはグリチルレチン酸配糖体の25%以上である。

性状 本品は, 白～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品につき, 定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき, 検液の二つの主ピークの保持時間は, 標準液のグリチルレチン酸3-O-グルクロニド及びグリチルリチン酸のピークの保持時間と一致する。

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

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

乾燥減量 8.0%以下 (105°C, 1時間)

強熱残分 15.0%以下

定量法 本品を乾燥し, その約0.1gを精密に量り, 50vol%エタノールに溶かし, 正確に100mLとし, 検液とする。別に定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニド (別途水分を測定しておく) 約20mg及びグリチルリチン酸標準品 (別途水分を測定しておく) 約20mgを精密に量り, メスフラスコに合わせて入れ, 50vol%エタノールに溶かして100mL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。検液及び標準液のグリチルレチン酸3-O-グルクロニドのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにグリチルリチン酸のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定し, 次式により含量を求める。更に, グリチルレチン酸3-O-グルクロニドのグリチルレチン酸配糖体に対する比率 (%) を求める。

グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの採取量 (g)} \quad A_{T1}}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_{S1}} \times \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times 100$$

グリチルリチン酸の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量 (g)} \quad A_{T2}}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_{S2}} \times \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times 100$$

グリチルレチン酸配糖体の含量 (%)

$$= \text{グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの含量 (%) + グリチルリチン酸の含量 (%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 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15～30cmのステンレス管

カラム温度 42°C

移動相 2%酢酸/アセトニトリル混液 (1:1)

流量 グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの保持時間が約15分になるように調整する。

カラム選定 定量用グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド 5 mg, 薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 5 mg 及び p-ヒドロキシ安息香酸プロピル 1 mg を 50% エタノール (95) に溶かして 20 mL とする。この液 20 µL につき, 上記の操作条件で試験するとき, グリチルリチン酸, p-ヒドロキシ安息香酸プロピル, グリチルレチン酸 3-O-グルクロニドの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

酵素分解レシチン

Enzymatically Decomposed Lecithin

定義 本品は、アブラナ (*Brassica rapa* Linné 又は *Brassica napus* Linné *Brassica rapa* var. *oleifera* DC. 又は *Brassica napus* L.) 若しくはダイズ (*Glycine max* Merrill *Glycine max* (L.) Merr.) の種子から得られた植物レシチン又は卵黄から得られた卵黄レシチンから得られた、ホスファチジン酸及びリゾレシチンを主成分とするものである。本品には, 酵素分解植物レシチンと酵素分解卵黄レシチンがある。

性状 本品は、白～褐色の粉末、粒若しくは塊又は淡黄～暗褐色の粘稠な液体で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 g を 分解フラスコケルダールフラスコ に入れ、これに粉末とした硫酸カリウム 5 g, 硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g 及び硫酸 20 mL を加える。次にフラスコを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の澄明な液となった後、更に 1～2 時間加熱する。冷後、等容量の水を加え、この液 5 mL に モリブデン酸アンモニウム七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 溶液 (1→5) 10 mL を加えて加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 脂肪酸 本品 1 g に エタノール製水酸化カリウム試液 3.5 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 25 mL を加え、1 時間還流後、氷冷するとき、カリウム石けんの沈殿又はにごりを生ずる。

純度試験 (1) 酸価 65 以下

本品約 2 g を精密に量り、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 50 mL に溶かして検液とし、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 50 mL を加えて、60°C 以下の水浴中で加温して溶かして検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) アセトン可溶物 60% 以下

本品約 2 g を精密に量り、50 mL 目盛付共栓遠心管に入れ、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 3 mL を加え、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 3 mL を加え、必要があれば 60°C 以下の水浴中で加温して、溶かす。この液にアセトン 15 mL を加えてよくかき混ぜた後、氷水中に 15 分間放置する。これにあらかじめ 0～5°C に冷却したアセトンを加えて 50 mL とし、よくかき混ぜ、氷水中に 15 分間放置した後、毎分約 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上層液をフラスコにとる。なお、共栓遠心管の沈殿物に 0～5°C のアセトンを加えて 50 mL とし、氷水中で冷却しながらよくかき混ぜた後、同様に遠心分離する。この上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上で蒸留し、残留物を 105°C で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

(3) 過酸化物価 10 以下

本品約 5 g を精密に量り、250 mL 共栓三角フラスコに入れ、クロロホルム/酢酸混液 (2 : 1) 35 mL を加え、静かに振り混ぜて溶解又は均一に分散する。次に窒素を通じて器内の空気を

十分に置換し、窒素を通じながらヨウ化カリウム試液 1 mL を正確に量って加える。次に窒素をとめ、直ちに栓をして1分間振り混ぜた後、暗所に5分間放置する。この液に水 15 mL を加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し(指示薬 デンプン試液 1~3 mL), 次式によって過酸化物価を求める。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.01\text{mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

~~(4) 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)~~

(5) (4) 鉛 Pbとして 10µg/g以下 (1.0g, 第1法) 2µg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (5) ヒ素 As₂O₃として 4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~乾燥減量 4.0%以下 (105°C, 1時間)~~

本品が粉末の場合は、乾燥減量測定試験法により試験を行う。本品が粒若しくは塊又は粘稠な液体の場合には、本品約 3 g をあらかじめ質量を精密に量った海砂約 15 g 及び質量を精密に量った小ガラス棒と共に ~~ひょう量秤量~~ 瓶に入れて、その質量を精密に量り、小ガラス棒を用いて速やかに粉碎して 2 mm 以下の大きさにし、又は均一に混合した後、小ガラス棒と共に加熱し、乾燥減量を測定する。

高度サラシ粉

High-Test Hypochlorite

含量 本品は、有効塩素 60.0%以上を含む。

性状 本品は、白~類白色の粉末又は粒で、塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ、これに ~~赤色リトマス紙~~ リトマス紙 (赤色) を浸すとき、赤色リトマス紙 は青変し、次に退色する。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) 2 mL を加えるとき、ガスを発生して溶ける。これに水 5 mL を加えてろ過した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

定量法 本品の有効塩素として 0.7~1.3 g に対応する量を精密に量り、水約 50 mL と乳鉢中でよくすり混ぜた後、水を加えて正確に 500 mL とする。次によく振り混ぜ、その 50 mL を正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸 (1→2) 10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/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 1 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.545mg Cl

酵母細胞壁

Yeast Cell Wall

定 義 本品は、サッカロミセス属酵母 (*Saccharomyces cerevisiae*, *Saccharomyces bayanus* 又は *Saccharomyces pastorianus* に限る。) の細胞壁から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性 状 本品は、類白～類茶褐色の粉末又は懸濁液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の粉末試料 1 g に水 100mL を加え、かくはん機により高速でかき混ぜて得た懸濁液又は本品の懸濁試料を 200～400 倍の顕微鏡で観察するとき、長径 1～12 μ m の卵型若しくは扁平形の単細胞又はこれらが破碎された断片を認める。

(2) 本品の粉末試料 1 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1 g に、リン酸緩衝液 (pH6.8) 50mL を加え、かくはん機により高速でかき混ぜた後、30 分間放置するとき、膨潤する。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (粉末試料 2.0g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 2.0g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As₂O₃ として 2.0 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~(4) (3) 総窒素 5.6%以下 (乾燥物換算, 約 1.0g, セミマイクロケルダール法)~~

~~(5) (4) デンプン 本品の粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0g を量り, ヨウ素試液 1 滴を加え, これを検鏡するとき, 黒紫色に染まる粒子を認めないか又は認めてもわずかである。~~

乾燥減量 粉末試料 8.0%以下 (120 $^{\circ}$ C, 2 時間)

懸濁液試料 92.0%以下 (120 $^{\circ}$ C, 2 時間)

灰 分 10.0%以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0g)

微生物限度 微生物限度試験 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第 1 法により調製する。

コウリヤン色素 (新規)

Kaoliang Color

キビ色素

定 義 本品は、コウリヤン (*Sorghum bicolor* (L.) Moench (*Sorghum nervosum* Besser ex Schult. & Schult. f., *Sorghum vulgare* Pers.)) の実及び殻から水若しくは含水エタノール若しくは酸性含水エタノールで抽出して得られたもの、又はアルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。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 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) は 50 以上で、その表示量の 90～110%を含む。

性 状 本品は、褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1 g に相当する量を量り、水/エタノール (95 混液 (3 : 2) 500mL を加えた液は、黄褐～赤褐色を呈する。

(2) (1) の液 10mL に、塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、褐～暗褐色を呈

する。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.4 g に相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) 100 mL に溶かす。この液 5 mL に塩酸 (9 → 1000) 10 mL を加え、更に塩化亜鉛試液 (pH3.0) 0.1 mL を加えてかくはんした後、栓をして 50°C で 20 分間加温し、必要があれば毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行うとき、黄褐～暗褐色の沈殿を認める。

(4) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を量り、水/エタノール (95) 混液 (3 : 2) 100 mL を加える。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を試料液とする。試料液 5 mL に塩酸・1-ブタノール溶液 (1 → 20) 5 mL を加えてかくはんした後、栓をして水浴中で 30 分間加熱する。冷後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。この液は、波長 475～500 nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(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)

色価測定 色価測定法により試験を行う。ただし、検液は次のように調製する。本品を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試料液又は試料液の希釈液を、必要があれば遠心分離又はろ過し、上澄液又はろ液を検液とする。次の操作条件により測定を行う。

操作条件

対照 水

測定波長 波長 500 nm

コチニール色素

Cochineal Extract

Carminic Acid

カルミン酸色素

定義 本品は、エンジムシ (*Dactylopius coccus* Costa (*Coccus cacti* Linnaeus)) から得られた、カルミン酸を主成分とするものである。

色価 本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は 80 以上で、表示量の 95～115% を含む。

性状 本品は赤～暗赤色の粉末、塊、液体又は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 (1) 本品の表示量から、色価 80 に換算して 0.5 g に相当する量をとり量り、~~0.1 mol/L~~ 塩酸試液 (0.1 mol/L) 1,000 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、遠心分離して得られる上澄液は、だいたい色を呈し、波長 490～497 nm に極大吸収部がある。

(2) 本品の表示量から、色価 80 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、水 100 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜた液はだいたい赤～暗赤褐色を呈し、こ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、紫～紫赤色に変わる。

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

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~40~~ 2 µg/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 ~~1~~ 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~(2) ヒ素 As_2O_3 として $4.03\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) たん白質 2.2%以下

本品約 1 g を精密に量り, 窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 $1\text{ mL} = 0.8754\text{mg}$ たん白質

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 ~~0.1mol/L 塩酸~~ 塩酸試液 (0.1mol/L)

測定波長 波長 490~497nm の極大吸収部

骨焼成カルシウム (新規)

Calcinated Bone Calcium

骨カルシウム

定義 本品は, 獣骨又は魚骨を, 焼成して得られたものである。主成分はリン酸カルシウムである。

含量 本品を乾燥したものは, リン酸三カルシウム ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 = 310.18$) として 95.0~105.0% 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 0.1 g に 10%硝酸試液 5 mL を加え, 加温して溶かし, モリブデン酸アンモニウム試液 2 mL を加えるとき, 黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) 5 mL を加えて沸騰させ, 冷後ろ過し, ろ液にシュウ酸アンモニウム-水和物溶液 (1→30) 5 mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0 g を量り, 水 100 mL 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分間沸騰させる。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熱湯でよく洗った後, ろ紙と共に灰化し, 残留物の質量を量る。

(2) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

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

本品に塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし, 検液とする。

乾燥減量 2.0%以下 (200°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 塩酸 (1→4) 10 mL を加えて溶かし, 更に水を加えて正確に 200 mL とし, 検液とする。カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

骨炭

Bone Charcoal

定義 本品は、ウシ (~~Bos taurus Linne~~Bos taurus Linnaeus) の骨を、炭化し、粉碎して得られたものである。主成分はリン酸カルシウム及び炭末である。

性状 本品は、黒色の粉末又は粒で、におい及び味がない。

確認試験 (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.1gを量り、~~希メチレンブルー試液~~0.001w/v%メチレンブルー試液 10mL及び塩酸(1→4)2滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.5gを量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

(3) 本品を灰化し、その0.1gに塩酸(1→7)10mLを加え、加温して溶かし、振り混ぜながらアンモニア試液2.5mLを加えた後、シュウ酸アンモニウムシュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→30)5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を灰化し、その0.1gに~~希硝酸~~10%硝酸試液5mLを加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液2mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、110～120℃で3時間乾燥した後、その4.0gを量り、硝酸(1→100)0.1mLを加えた水180mLを加え、わずかに沸騰が持続する程度に約10分間加熱する。冷後、水を加えて200mLとし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約30mLを捨て、残りのろ液をA液として次の(1)～(4)の試験を行う。

(1) 塩化物 Clとして0.53%以下

A液1.0mLを量り、検液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄として0.48%以下

A液2.5mLを量り、検液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを用いる。

(3) 鉛 Pbとして~~10~~5μg/g以下 (0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)
~~A液50mLを量り, 水浴上で蒸発乾固し, 残留物に硝酸(1→150)10mLを加えて溶かし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液1.0mLに硝酸(1→150)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。~~

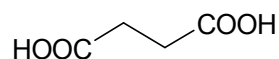
本品に塩酸(1→4)20mLを加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ, 上澄液をろ過し, 不溶物を除き, ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い, 洗液をろ液に合わせて冷後, 試料液とする。

(4) ヒ素 As₂O₃として~~4.0~~3μg/g以下 (第2法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

A液25mLを量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。~~第2法, 装置Bを用いる。~~

コハク酸

Succinic Acid



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$

分子量 118.09

Butanedioic acid [110-15-6]

含量 本品は、コハク酸 ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な酸味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1→20) 5 ~~mL~~ mL にアンモニア試液を加えて pH 約 7 とし、~~塩化鉄 (III) 塩~~ 化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2～3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

融点 185～190℃

純度試験 ~~(1) 融点 185～190℃~~

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (5.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ 易酸化物 本品 1.0 g を量り、水 25 ~~mL~~ mL 及び硫酸 (1→20) 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 4.0 ~~mL~~ mL を加えるとき、液の 紅赤色 は 3 分以内に消えない。

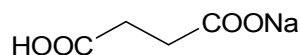
強熱残分 0.025%以下 (5 g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 5.904 mg $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$

コハク酸一ナトリウム

Monosodium Succinate



$\text{C}_4\text{H}_5\text{NaO}_4$

分子量 140.07

Monosodium monohydrogen butanedioate [2922-54-5]

含量 本品は、コハク酸一ナトリウム ($\text{C}_4\text{H}_5\text{NaO}_4$) 98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な味がある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及びコハク酸塩の反応を呈する。

pH 4.3～5.3 (1.0 g, 水 20 mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH 4.3～5.3 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(2) (1)~~ 硫酸塩 SO_4 として 0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.40 ~~mL~~ mL)

~~(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下~~

~~本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20)2mlを加え、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

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

~~(4)(3)~~ (3) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下(0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ (4) 易酸化物 本品2.0gを量り、水25mL及び硫酸(1→20)25mLを加えて溶かし、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。

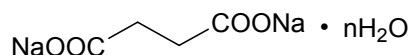
強熱残分 49.5～51.5%

定量法 本品約0.3gを精密に量り、水30mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=14.01mg C₄H₅NaO₄

コハク酸二ナトリウム

Disodium Succinate



n = 6 又は 0

C₄H₄Na₂O₄ · nH₂O (n = 6 又は 0)

Disodium butanedioate hexahydrate

分子量 6水和物 270.14

Disodium butanedioate [150-90-3]

無水物 162.05

定義 本品には結晶物(6水和物)及び無水物があり、それぞれをコハク酸二ナトリウム(結晶)及びコハク酸二ナトリウム(無水)と称する。

含量 本品を乾燥したものは、コハク酸二ナトリウム(C₄H₄Na₂O₄) 98.0~~~101.0~~%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、においがなく、特異な味がある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及びコハク酸塩の反応を呈する。

pH 7.0～9.0(1.0g, 水20mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH7.0～9.0(1.0g, 水20ml)~~

~~(2)(1)~~ (1) 硫酸塩 SO₄として0.019%以下

本品1.0gを量り、水30mLを加えて溶かし、塩酸(1→40)で中和し、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを用いる。

~~(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下~~

~~本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かし、塩酸(1→40)で中和した後、酢酸(1→20)2mlを加え、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

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

~~(4)~~(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\text{--}3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)~~(4) 易酸化物 本品 2.0 gを量り, 水 20mL 及び硫酸(1→20) 30mL を加えて溶かし, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 4.0mL を加えるとき, 液の紅赤色は3分以内に消えない。

乾燥減量 結晶物 37.0～41.0% (120°C, 2時間)

無水物 2.0%以下 (120°C, 2時間)

定量法 本品を乾燥し, その約0.15 gを精密に量り, 非水滴定用酢酸 30mL を加えて溶かし, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1mL)。終点は, 液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1mL = 8.103mg $\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_4$

コメヌカ油抽出物 (新規)

Rice Bran Oil Extract

コメヌカ油不けん化物

定義 本品は, 米ぬか油から抽出して得られた, フェルラ酸及びそのエステルを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは, フェルラ酸 ($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4=194.18$) として60%以上を含む。

性状 本品は, 白～帯黄白色の粉末で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品10mgに3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加え, 加温して溶かすとき, 液は淡黄～黄色を呈する。

(2) 本品10mgをアセトン2mLに溶かし, 塩化鉄(III)六水和物・エタノール(95)溶液(1→50)0.1mLを加えるとき, 液は褐～赤褐色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1→100000)は, 波長231～235nm及び319～323nmに極大吸収部がある。

(4) 本品60mgに酢酸エチルを加えて溶かし10mLとした液を検液とする。別に定量用フェルラ酸15mg及びフェルラ酸シクロアルテニル15mgを量り, それぞれ酢酸エチルを加えて溶かし50mLとした液を対照液とする。検液及び対照液5 μL につき, 「 γ -オリザノール」の確認試験(4)を準用し, 薄層クロマトグラフィーを行うとき, 検液は, 対照液のフェルラ酸及びフェルラ酸シクロアルテニルと同位置に主な二つのスポットを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして $1.5\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 類縁物質 確認試験(4)において, 検液及び対照液につき, 薄層クロマトグラフィーを行うとき, 検液は, 対照液のフェルラ酸及びフェルラ酸シクロアルテニルと同位置以外にスポットを認めないか, 又は他のスポットを認めても対照液のフェルラ酸のスポットより濃くない。

乾燥減量 2.0%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.5%以下 (1 g)

定量法 本品約30mgを精密に量り, エタノール(95)70mLに加温して溶かし, 冷後, 正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り, エタノール(95)を加えて正確に100mLとし, 検液とする。別に定量用フェルラ酸を105°Cで3時間乾燥し, その約20mgを精密に量り, エタノール(95)を加え

て溶かし、正確に100mLとする。この液1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL及び5 mLを正確に量り、それぞれにエタノール(95)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。これらの標準液につき、波長322nm付近の極大吸収部における吸光度を測定して検量線を作成する。

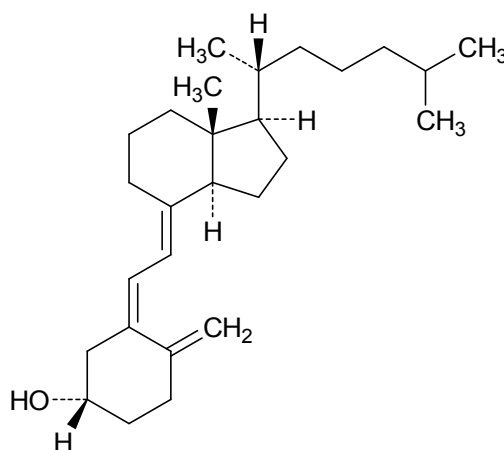
検液の波長322nm付近の極大吸収部における吸光度を測定し、検量線から検液中のフェルラ酸濃度を求め、次式により試料中のフェルラ酸の含量を求める。

$$\text{フェルラ酸の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のフェルラ酸濃度 (mg/mL)} \times 50 \times 100}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミンD₃



C₂₇H₄₄O

分子量 384.64

(3S, 5Z, 7E)-9, 10-Secocholesta-5, 7, 10(19)-trien-3-ol [67-97-0]

性状 本品は、白色の結晶で、においが無い。

確認試験 (1) 「エルゴカルシフェロール」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「エルゴカルシフェロール」の確認試験(2)を準用する。ただし、その融点は、133~135℃である。

~~純度試験~~ (1) ~~比吸光度~~ $E_{1\text{cm}}^{1\%} (265\text{nm}) = 450 \sim 490$

本品約0.1gを精密に量り、エタノール(95)を加えて溶かして正確に200~~mL~~とする。この液2~~mL~~を正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に100~~mL~~とし、吸光度を測定する。

~~(2) 比旋光度~~ $[\alpha]_D^{20} = +103.0 \sim +112.0^\circ$ (0.1g, エタノール(95), 20~~mL~~)

~~(3) 融点~~ 84~88℃

~~純度試験~~ (4) 7-デヒドロコレステロール 本品0.010~~g~~10mgを量り、90vol%エタノール2~~mL~~を加えて溶かし、あらかじめジギトニン0.020~~g~~20mgを量り、90vol%エタノール2~~mL~~を加えて溶かした液を加えて18時間放置するとき、沈殿を生じない。

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換し、冷所に保存する。

コンドロイチン硫酸ナトリウム

Sodium Chondroitin Sulfate

含量 本品を乾燥したものは、窒素 (N=14.01) 2.5~3.8%及び硫黄 (S=32.07) 5.5~7.0%を含む。

性状 本品は、白~類白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL に ~~塩酸アクリフラビン~~ アクリフラビン塩酸塩 溶液 (1→200) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で10分間加熱し、冷後、~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 0.10 g を量り、水 20 ~~mL~~ mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.14% 以下

本品 ~~0.050g~~ 50mg を量り、水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、エタノール (95) 15 ~~mL~~ mL 及び硝酸 (1→10) 6 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜた後ろ過する。残留物は、50vol%エタノールで洗い、洗液をろ液に合わせ、更に50vol%エタノールを加えて50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。比較液は、0.01mol/L塩酸 0.20 ~~mL~~ mL に硝酸 (1→10) 6 ~~mL~~ mL 及び50vol%エタノールを加えて50 ~~mL~~ mL とする。

~~(4)~~ (3) 無機硫酸塩 SO₄ として 0.24% 以下

本品 0.10 g を量り、水 15 ~~mL~~ mL に溶かし、塩酸 1 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜる。次に ~~塩化アルミニウム~~ 塩化アルミニウム (III) 六水和物 溶液 (1→5) 2 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜ、更にアンモニア試液 5 ~~mL~~ mL を少量ずつ振り混ぜながら加えた後、遠心分離する。上澄液をとり、残留物に水 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わせる。更に水 5 ~~mL~~ mL を用いて同様の操作を行い、洗液を上澄液に合わせ、塩酸 (1→4) を加えて中和し、試料液とする。比較液には 0.005mol/L硫酸 0.50 ~~mL~~ mL を用い、硫酸塩試験法により試験を行う。

~~(5) 重金属 Pb として 40µg/g 以下 (乾燥後 0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 10.0%以下 (105°C, 4時間)

強熱残分 23.0~31.0% (乾燥物)

定量法 (1) 窒素 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol/L硫酸 1 ~~mL~~ mL = 1.401mg N

(2) 硫黄 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、~~分解フラスコ~~ ケルダールフラスコ に入れ、水 30 ~~mL~~ mL を加えて溶かした後、塩素酸カリウム 5 g を加え、更に硝酸 30 ~~mL~~ mL を少量ずつ加え、

液が約 5 mL になるまで加熱する。冷後、塩酸 25 mL を用いて定量的にビーカーに移し、約 5 mL になるまで水浴上で濃縮する。この液に水 100 mL を加え、アンモニア試液で中和し、塩酸 (1→10) 5 mL を加え、煮沸しながら塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液 (3→25) 5 mL を加える。次にビーカーを時計皿で覆い、水を補給しながら水浴上で 2 時間加熱する。冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物は、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量となるまで 450~550°C で強熱し、その質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{硫黄 (S) の含量 (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)} \times 0.1374}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

サイリウムシードガム

Psyllium Seed Gum

サイリウムハスク

定 義 本品は、ブロードサイリウム (~~Plantago ovate Forsskal~~ Plantago ovate Forssk.) の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。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～淡黄褐色の粉体又は粒で、においがいいか、わずかに特有なにおいがある。

確認試験 本品 2 g を 400 mL ビーカーに入れ、200 mL の水を加え、80°C で 10 分間かき混ぜて溶かし、室温まで放冷するとき、流動性のある特有のゾル又はゲル状となる。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.5 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As₂O₃ として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) たん白質 2.0% 以下

本品約 1 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754 mg たん白質

乾燥減量 12.0% 以下 (105°C, 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 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下 生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下 である。また、大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液は、いずれも第 2 法により調製する。 また、大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイヨン培地 200 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1°C で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。 サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 200 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1°C で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

酢酸

Acetic Acid

含量 本品は、酢酸 ($C_2H_4O_2=60.05$) 29.0~31.0%を含む。

性状 本品は、無色澄明の液体で、特異な刺激性のにおいがある。

確認試験 (1) 本品は、酸性である。

(2) 本品は、酢酸塩の反応を呈する。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (3.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 3.0ml)~~

(1) 鉛 Pbとして0.5 μ g/g以下 (8.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 易酸化物 本品 20mLを量り, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 0.30mLを加えると
き, 液の紅赤色は30分以内に消えない。

(4) 蒸発残留物 0.010%以下

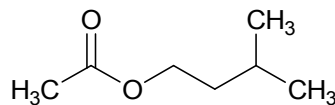
本品 20.0 gを量り, 蒸発した後, 100°Cで2時間乾燥し, その残留物の質量を量る。

定量法 本品約 3 gを精密に量り, 水 15mLを加え, 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する
(指示薬 フェノールフタレイン試液 2滴)。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 60.05mg $C_2H_4O_2$

酢酸イソアミル

Isoamyl Acetate



$C_7H_{14}O_2$

分子量 130.18

3-Methylbutyl acetate [123-92-2]

含量 本品は、酢酸イソアミル ($C_7H_{14}O_2$) ~~98.0~~ 95.0 %以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、バナナようのにおいがある。

確認試験 ~~本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え, 水浴中で振り混ぜながら加熱するとき, バナナようのにおいはなくなり, 3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。冷後, 水 10ml 及び塩酸 (1→4) 0.5ml を加えた液は, 酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し, 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。

屈折率 $n_D^{20}=1.399\sim 1.403$

比重 $d_{25}^{25}=0.868\sim 0.878$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.398\sim 1.404$~~

~~(2) 比重 0.872~0.878~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

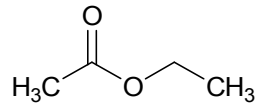
定量法 ~~本品約 0.5 gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=65.09mg C₄H₈O₂~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

酢酸エチル

Ethyl Acetate



C₄H₈O₂

分子量 88.11

Ethyl acetate [141-78-6]

含量 本品は、酢酸エチル (C₄H₈O₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、果実ようのにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 ~~ml~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 25 ~~ml~~ mL を加え、水浴中で5分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) で中和し、~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III)六水和物 溶液 (1→10) 5滴を加えるとき、液は、深赤色を呈する。

(2) 本品 1 ~~ml~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 5 ~~ml~~ mL を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなる。この液を硫酸 (1→20) で酸性とし、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、酢酸のにおいを発する。

屈折率 $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$

比重 $d_{20}^{20}=0.900\sim 0.904$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$~~

~~(2) 比重 0.900~0.904~~

~~(3) 酸価 0.1以下~~

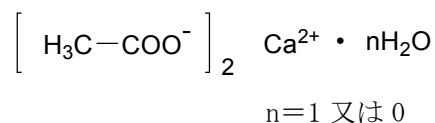
本品 20 g を量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

定量法 あらかじめ 100 ~~ml~~ mL のフラスコにエタノール (95) 10 ~~ml~~ mL を入れて質量を精密に量る。次に本品約 1 g を先のフラスコに入れて質量を精密に量り、~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 40 ~~ml~~ mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて 78~82°C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、過量のアルカリを 0.5mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2~3 滴)。別に空試験を行う。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 ~~ml~~ mL = 44.05mg C₄H₈O₂

酢酸カルシウム (2013年12月4日告示)

Calcium Acetate



分子量 1水和物 176.18

$C_4H_6CaO_4 \cdot nH_2O$ (n = 1 又は 0)

無水物 158.17

Calcium acetate monohydrate [5743-26-0]

Calcium acetate [62-54-4]

含量 本品を乾燥したものは、酢酸カルシウム ($C_4H_6CaO_4$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶、粉末又は粒で、わずかに酢酸のにおいがある。

確認試験 本品は、カルシウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

pH 6.0~9.0 (2.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) ~~液性 pH6.0~9.0 (2.0 g, 水 20ml)~~

(2) 水不溶物 0.30%以下

あらかじめ、るつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品約 10 g を精密に量り、温湯 100mL を加えてよく振り混ぜた後、不溶物を先のガラスろ過器でろ取りし、水 30mL で洗い、ガラスろ過器とともに 105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(3)(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1 → 4) 20mL を加え、超音波処理した後、蒸発乾固する。残留物に水 20mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) の量を 50 mL に変更する。

~~本品 2.0 g を量り、100ml のビーカーに入れ、塩酸 (1 → 4) 20ml を加えて、超音波処理して溶かし、蒸発乾固した後、残留物に水 20ml を加えて溶かし、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) 50ml を加え、チモールブルー試液 ml を指示薬として、アンモニウム水を液の色が黄緑色に変わるまで加える。この液を 200ml の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100ml とする。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3 → 100) 5ml を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10ml を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とする。この液 4 ml を正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。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。~~

(4)(3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5)(4) 易酸化物 $HCOOH$ として 1,000 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品約 5 g を精密に量り、水 100mL を加えて溶かし、無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて振り混ぜる。これに 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 10mL を正確に加えて振り混ぜ、水浴上で 15 分間加熱する。冷後、硫酸 (9 → 100) 25mL とヨウ化カリウム 0.3 g を加えてよく振り混ぜた後、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 1 ~ 3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。滴定の終点は液が帯黄白色になったとき、デンプン試液 3ml を加え、脱色されるときとする。別に空試験を行い、次式により易酸化物の量をギ酸 ($HCOOH$) として求める。

$$\text{易酸化物の量} = \frac{(a - b) \times 2,301}{\text{試料の採取量 (g)}} (\mu\text{g}/\text{g})$$

ただし、

a : 空試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

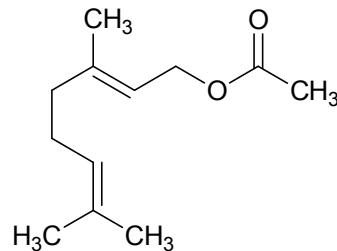
乾燥減量 11.0%以下 (200°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 4 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250 mL 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 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 7.908mg C₄H₆CaO₄

酢酸ゲラニル

Geranyl Acetate



C₁₂H₂₀O₂

分子量 196.29

(2E)-3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-yl acetate [105-87-3]

含量 本品は、酢酸ゲラニル (C₁₂H₂₀O₂) 90.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 mL に エタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10 w/v 水酸化カリウム・エタノール試液 5 mL を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、ゲラニオールのにおいを発する。冷後、水 2 mL 及び塩酸 (1→4) 2 mL を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$

比重 $d_{20}^{20} = 0.903 \sim 0.917$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$~~

~~(2) 比重 $0.903 \sim 0.917$~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(3)(2) 溶状 澄明 (1.0 mL, 80vol%エタノール 4.0 mL)~~

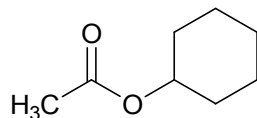
~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 1 mL = 98.14mg C₁₂H₂₀O₂

酢酸シクロヘキシル

Cyclohexyl Acetate



$C_8H_{14}O_2$

分子量 142.20

Cyclohexyl acetate [622-45-7]

含量 本品は、酢酸シクロヘキシル ($C_8H_{14}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、~~無色又はわずかに黄色を帯びた透明~~無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品約 2ml を蒸発皿にとり、これに硝酸 1ml を加えて水浴中で 20 分間加熱し、更にホットプレート上で炭化しないように注意しながら蒸発乾固する。冷後、水 4ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 0.5ml を加えて溶かし、更に硝酸 (1→10) を加えて微酸性とした後、試験管に移し、硝酸銀溶液 (1→50) 1ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに硝酸 (1→10) を加えて強酸性とすると、沈殿は溶ける。~~

~~(2) 本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8ml 及び塩酸 (1→4) 1ml を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.436 \sim 1.443$

比重 $d_{25}^{25} = 0.965 \sim 0.972$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.439 \sim 1.442$~~

~~(2) 比重 0.970 ~ 0.973~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

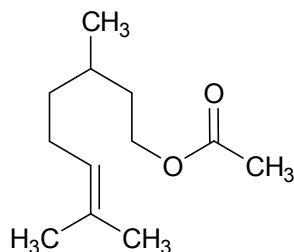
定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 71. $C_8H_{14}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

酢酸シトロネリル

Citronellyl Acetate



$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 198.30

3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl acetate [150-84-5]

含量 本品は、酢酸シトロネリル (C₁₂H₂₂O₂) 95.092.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、シトロネロールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1→4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。~~

屈折率 $n_D^{20} = 1.440 \sim 1.450$

比重 $d_{25}^{25} = 0.883 \sim 0.893$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.443 \sim 1.451$~~

~~(2) 比重 0.888 ~ 0.894~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 7.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

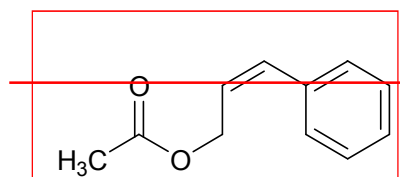
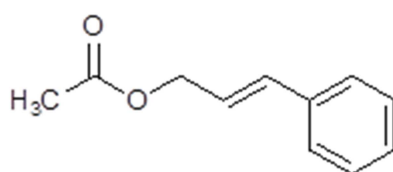
定量法 ~~本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15 mg C₁₂H₂₂O₂~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (4) により定量する。

酢酸シンナミル

Cinnamyl Acetate



C₁₁H₁₂O₂

分子量 176.21

~~3 (2E)-3-Phenylprop-2-en-1-yl acetate [103-54-821040-45-9]~~

含量 本品は、酢酸シンナミル (C₁₁H₁₂O₂) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 1.5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 5 ml 及び塩酸 (1→4) 1.2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.539 \sim 1.544$

比重 $d_{25}^{25} = 1.047 \sim 1.054$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.539 \sim 1.543$~~

~~(2) 比重 1.053 ~ 1.057~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 6.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0~~以下 (香料試験法)

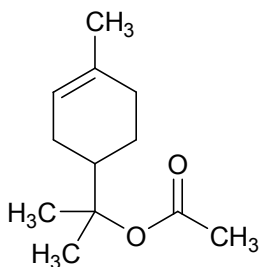
~~定量法~~ 本品約 1 g を精密に量り、~~香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=88.11mg=C₁₁H₁₂O₂~~

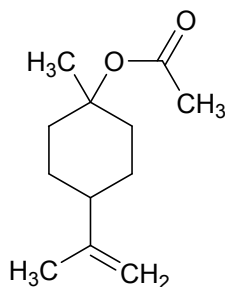
香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

酢酸テルピニル

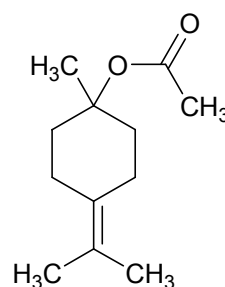
Terpinyl Acetate



酢酸 α-テルピニル



酢酸 β-テルピニル



酢酸 γ-テルピニル

C₁₂H₂₀O₂

分子量 196.29

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-yl acetate (α-terpinyl acetate), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexyl acetate (β-terpinyl acetate) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexyl acetate (γ-terpinyl acetate)

[8007-35-0]

含量 本品は、酢酸テルピニル (C₁₂H₂₀O₂) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 0.5ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、テルピネオールのにおいを発する。冷後、水 6ml 及び塩酸 (1→4) 2ml を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、2970cm⁻¹、2935cm⁻¹、1730cm⁻¹、1360cm⁻¹、1270cm⁻¹、1220cm⁻¹及び 1135cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収を認める。

屈折率 $n_D^{20}=1.464\sim 1.467$

比重 $d_{20}^{20}=0.956\sim 0.965$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.464\sim 1.467$~~

~~(2) d_{20}^{20} =比重 0.956～0.965~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(3)(2) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

ただし、~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 20mlを使用し、加熱時間は、2時間とする。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 ml
=98.14mg C₁₂H₂₀O₂

酢酸デンプン

Starch Acetate

[9045-28-7]

定義 本品は、デンプンを無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル (アルファー化デンプンの場合を除く) 0.1µg/g以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2µg/g以下 (~~5.0~~ 2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~ 3µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

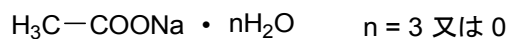
(5) 二酸化硫黄 50µg/g以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

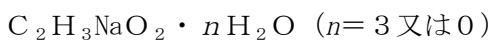
乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C,~~ 13.3kPa以下, 120°C, 4時間)

酢酸ナトリウム

Sodium Acetate



~~n = 3 又は 0~~



Monosodium acetate trihydrate [6131-90-4]

分子量 3水和物 136.08

Monosodium acetate [127-09-3]

無水物 82.03

定義 本品には結晶物(3水和物)及び無水物があり、それぞれを酢酸ナトリウム(結晶)及び酢酸ナトリウム(無水)と称する。

含量 本品を乾燥したものは、酢酸ナトリウム(C₂H₃NaO₂) 98.5%以上を含む。

性状 結晶物は、無色透明の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の結晶性の粉末又は塊で、においが無い。

確認試験 (1) 本品を徐々に加熱すると融解し、次に分解してアセトンのにおいを発する。また残留物の水溶液は、アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水 ~~20~~ 20mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 結晶物の場合は2.0 g, 無水物の場合は1.2 gを量り, 新たに煮沸し冷却した水 20 mLを加えて溶かし, フェノールフタレイン試液2滴を加え, この液を10°Cに保ち, 次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 0.10 mLを加えるとき, 紅赤色を呈する。

(ii) 液が紅赤色ならば, その色は, 0.1 mol/L塩酸 0.10 mLを加えるとき, 消える。

~~(2) 重金属 Pbとして10 µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~ 3 µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B)

乾燥減量 結晶物 36.0~42.0% (120°C, 4時間)

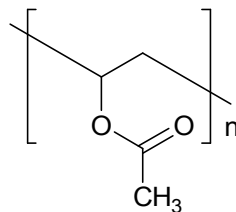
無水物 2.0%以下 (120°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し, その約0.2 gを精密に量り, 酢酸 40 mLを加えて溶かし, 0.1 mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L過塩素酸液 1 mL = 8.203 mg C₂H₃NaO₂

酢酸ビニル樹脂

Polyvinyl Acetate



Poly(1-acetoxyethylene)

定義 本品は, 酢酸ビニルの重合物である。

性状 本品は, 無~淡黄色の粒又はガラス状の塊である。

確認試験 本品約1 gに酢酸エチル 5 mLを加えて溶かし, 赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき, 1,725cm⁻¹, 1,730cm⁻¹, 1,7015cm⁻¹, 937cm⁻¹及び785cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 (1) 遊離酸 CH₃COOHとして0.20%以下

本品約2 gを精密に量り, メタノール 50 mLを加え, 時々振り混ぜて溶かし, 水 10 mLを加え, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液4~5滴)。別に空試験を行い補正する。次式によって遊離酸の含量を酢酸 (CH₃COOH) として計算する。

$$\text{遊離酸の含量 (\%)} = \frac{0.1 \text{ mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 60}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10 \times 1000} \times 100 (\%)$$

~~(2) 重金属 Pbとして10 µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 µg/g以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \pm 0.3 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) 残存モノマー $5 \mu\text{g/g}$ 以下

酢酸ビニル樹脂を薬包紙及びラップフィルムで包み、木槌で叩いて細かく砕き、その2.5 gを正確に量り、トルエンを加えて溶解したのち後、正確に 25 mL とし、検液とする。別に酢酸ビニル 0.050 g 50 mg を正確に量り、トルエンを加えて正確に 50 mL とし、A液とする。A液 1.0 mL , 0.3 mL , 0.1 mL , 0.03 mL 及び 0.01 mL を量り、トルエンを加えて、それぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1 \mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを $5 \mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で8分間保持し、~~その後~~, 毎分 20°C で 250°C まで昇温し、 250°C に到達後を 5分間保持する。

注入口温度 150°C

注入方式 スプリット (8 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように調整する。

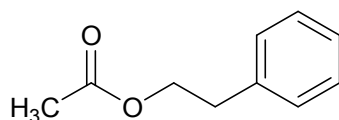
乾燥減量 1.0%以下 (0.7 kPa 以下, 80°C , 3時間)

強熱残分 0.05%以下 (5 g)

酢酸フェネチル

Phenethyl Acetate

酢酸フェニルエチル



$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$

分子量 164.20

2-Phenylethyl acetate [103-45-7]

含量 本品は、酢酸フェネチル ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 1mL にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 20 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8mL 及び塩酸 (1→4) 1mL を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

~~(2) 本品 1mL に水酸化カリウム 0.5 g を加え、穏やかに沸騰させるとき、スチレンのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.496\sim1.502$

比重 $d_{25}^{25}=1.030\sim1.034$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.497\sim1.501$~~

~~(2) 比重 1.033~1.037~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール2.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

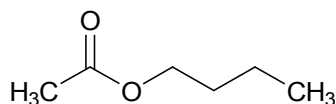
~~定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=82.10mg $C_{10}H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

酢酸ブチル

Butyl Acetate



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

Butyl acetate [123-86-4]

含量 本品は、酢酸ブチル ($C_6H_{12}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

~~確認試験 本品1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mlを加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、1-ブタノールのにおいを発する。冷後、水10ml及び塩酸(1→4)0.5mlを加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.393\sim1.396$

比重 $d_{25}^{25}=0.877\sim0.881$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.392\sim1.395$~~

~~(2) 比重 0.880~0.884~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0 以下 (香料試験法)~~

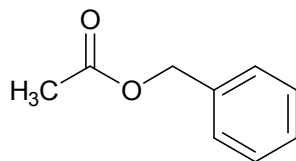
~~定量法 本品約0.5gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=58.08mg $C_6H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

酢酸ベンジル

Benzyl Acetate



$C_9H_{10}O_2$

分子量 150.17

Phenylmethyl acetate [140-11-4]

含量 本品は、酢酸ベンジル ($C_9H_{10}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.500 \sim 1.504$

比重 $d_{25}^{25} = 1.049 \sim 1.059$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.504$~~

~~(2) 比重 $1.055 \sim 1.059$~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

定量法 ~~本品約 0.8 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

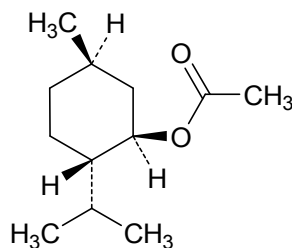
~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 75.09mg $C_9H_{10}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

酢酸 *l*-メンチル

l-Menthyl Acetate

l-酢酸メンチル



$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 198.30

(1*R*, 2*S*, 5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexyl acetate [2623-23-6]

含量 本品は、酢酸 *l*-メンチル ($C_{12}H_{22}O_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、清涼感のあるにおいはなくなり、メントールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.445\sim1.449$

旋光度 $\alpha_D^{20}=-69^\circ$ 以下

比重 $d_{25}^{25}=0.921\sim0.926$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20}=1.445\sim1.448$~~

~~(2) 旋光度 $[\alpha]_D^{20}=-70\sim-75^\circ$~~

~~(3) 比重 0.924~0.928~~

~~(4) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール7.0ml)~~

~~(5) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

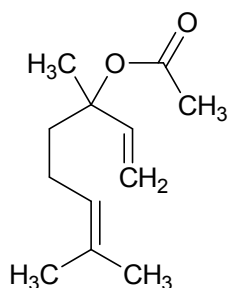
定量法 ~~本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、2 時間とする。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=99.15mg $C_{12}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

酢酸リナリル

Linalyl Acetate



$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-yl acetate [115-95-7]

含量 本品は、酢酸リナリル ($C_{12}H_{20}O_2$) ~~90.0~~95.0%以上を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.448\sim1.452$

比重 $d_{25}^{25}=0.895\sim0.914$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20}=1.449\sim1.457$~~

~~(2) 比重 0.902~0.917~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

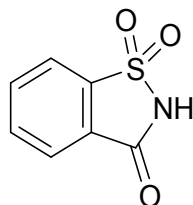
定量法 ~~本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=98.14mg $C_{12}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$

分子量 ~~183.19~~183.18

1,2-Benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [81-07-2]

含 量 本品を乾燥したものは、サッカリン ($C_7H_5NO_3S$) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに芳香がある。味は極めて甘い。

確認試験 (1) 本品 ~~0.02g~~20mg に ~~レゾルシン~~レゾルシノール ~~0.040g~~40mg を混和し、硫酸 10 滴を加え、混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後、水 10mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mL を加えて溶かすとき、液は、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mL を加えて溶かし、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約 20mL を加えて溶かし、塩酸 (1→10) で中和した後、ろ過し、ろ液に ~~塩化鉄 (III)~~塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、紫～赤紫色を呈する。

融 点 226～230℃

純度試験 (1) ~~融点~~226～230℃

(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 熱湯 30mL)

無色、澄明 (1.0 g, エタノール (95) 35mL)

(3) ~~重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、エタノール 40ml に溶かし、試料とし、以下第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0ml を用いる。~~

(2) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (10 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10mL, フレーム方式)

(4) (3) ヒ素 As_2O_3 として 4.03µg/g 以下 (5.0 g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置 B)

本品 ~~5.0 g~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5mL を加えて加熱する。液がなお褐色を呈する場合は、冷後、硝酸 1mL を追加して加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返した後、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 10mL 及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、この液 5mL を量り、検液とする。~~別に、装置 B を用いる。標準色は、次により調製する。~~ヒ素標準液 10mL 15mL を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 10mL 及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、この液 10mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。して調製する。ただし、10mL

を量り試験に用いる。

(5)(4) 安息香酸及びビサリチル酸 本品 0.5 g を量り、熱湯 15 mL に溶かし、~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 (1→10) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6)(5) オルトトルエンスルホンアミド ~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド として 25 µg/g 以下

本品 10 g を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 70 mL に溶かす。この液を、酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液 (1→4) 30 mL で洗い、~~無水~~硫酸ナトリウム約 10 g を加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にナス型フラスコに移す。酢酸エチルを留去し、残留物に~~カフェイン~~ カフェイン水和物・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を加えて溶かし、検液とする。別に~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物に~~カフェイン~~ カフェイン水和物・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を加えて溶かし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の~~カフェイン~~ カフェイン水和物のピーク高さ (H_s) と~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミドのピーク高さ (H) との比 H/H_s は、比較液のカフェインのピーク高さ (H_s) と~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミドのピーク高さ (H) との比 H/H_s を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 3% のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 1 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～205℃の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約 6 分後に現れるように調整する。

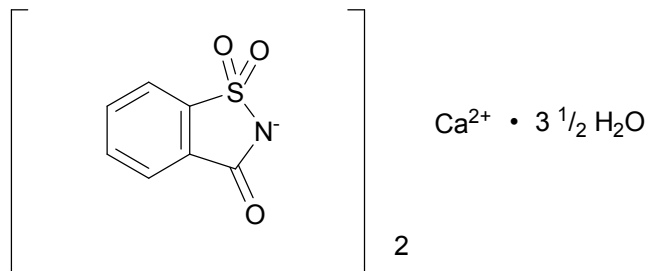
乾燥減量 1.0% 以下 (105℃, 2 時間)

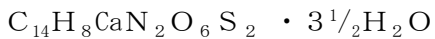
定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、熱湯 75 mL を加えて溶かし、冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.32 mg C₇H₅NO₃S

サッカリンカルシウム (2012 年 12 月告示)

Calcium Saccharin





分子量 467.48

Calcium bis(3-oxo-3H-1,2-benzothiazol-2-ide) 1,1-dioxide hemiheptahydrate [6381-91-5]

含量 本品を乾燥したものは、サッカリンカルシウム ($\text{C}_{14}\text{H}_8\text{CaN}_2\text{O}_6\text{S}_2$) 98.0%以上を含む。**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。味は極めて甘い。**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mL に塩酸 1mL を加え、生じた結晶性の沈殿をろ取し、冷水でよく洗い、105°C で 2 時間乾燥し、融点を測定するとき、融解し始めの温度は 226°C 以上であり、融解し終わりの温度は 230°C 以下である。(2) 本品 ~~0.02g~~ **20mg** に ~~レゾルシノール~~ **レゾルシノール 0.04g** ~~40mg~~ を混和し、硫酸 10 滴を加え、200°C で 3 分間加熱する。冷後、水 10mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mL を加えるとき、液は、緑色の蛍光を発する。(3) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mL を加えて、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約 20mL を加えて、塩酸 (1→10) で弱酸性とした後、ろ過し、ろ液に ~~塩化鉄 (III)~~ **塩化鉄 (III) 六水和物** 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、紫～赤紫色を呈する。

(4) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

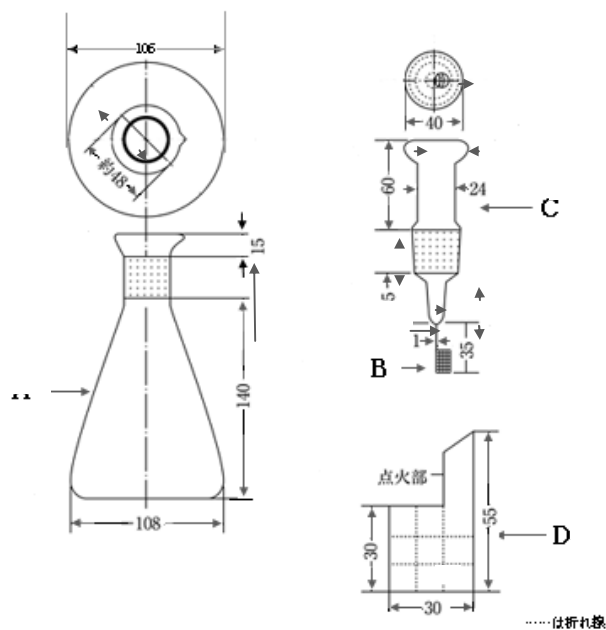
純度試験 (1) 鉛 Pb として ~~1.0~~ **1** $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (4.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 2.0g を量り、300mL のケルダールフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5mL を加えて、茶褐色の煙が発生し、更に溶液が淡黄色になるまで加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 10mL を加えて、15 分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10mL を加え、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、この液を 200mL の分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準原液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。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。~~

(2) セレン Se として 30 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

(i) 装置

概略は、次の図による。



(単位 mm)

A：内容量 500mL の無色，肉厚（約 2 mm）の硬質ガラス製のフラスコで，口の上部を受け皿状にしたもの

B：白金製のかご又は白金網筒（白金線を用いて栓 C の下端につす。）

C：硬質ガラス製の共栓

D：ろ紙

(ii) 操作法

乾燥した本品 ~~0.050 g~~ 50mg を折れ線に沿って折り目を付けたろ紙 D の中央部に 正確に 量り，こぼれないように折れ線に沿って包み，白金製のかご又は白金網筒 B の中に，点火部を外に出して入れる。吸収液として硝酸（1→30）25mL をフラスコ A に入れ，A 内にあらかじめ酸素を充満させ，共栓 C のすり合わせ部分を水で潤した後，点火部に点火し，直ちに A 中に入れ，完全に燃焼が終わるまで気密に保持する。次に，A 内の白煙が発生しなくなるまで時々振り混ぜた後，15～30 分間放置する。A の上部に水 10mL を入れ，注意して C をとり，A 内の液をビーカーに移す。水 20mL で，C，B 及び A の内壁を洗い込み，洗液をビーカーに合わせる。この液を 10 分間穏やかに煮沸した後，室温まで冷却し，試料液とする。別に ~~セレン 0.060g を量り，硝酸（1→2）100mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1,000mL とする。~~ セレン標準液 6 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする。 この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL とする。この液 1 mL を正確に量り，硝酸（1→60）50mL を加えて比較原液とする。試料液及び比較原液にアンモニア水を加えて pH1.8～2.2 とした後，水を加えて約 60mL とする。これらをそれぞれ分液漏斗に移し，水 10mL を用いてビーカーを洗い，洗液を分液漏斗に合わせる。それぞれに ~~塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム~~ 塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に 2，3-ジアミノナフタレン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する。それぞれにシクロヘキサン 5.0mL を加えて 2 分間よく振り混ぜる。シクロヘキサン層をとり，毎分 3,000 回転で 10

分間遠心分離し、上澄液を検液及び比較液とする。これらの液につき、硝酸（1→60）50mLを用いて試料液と同様に操作して得た液を対照として波長 378nm 付近の極大吸収波長における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度より大きくない。

- (3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)
- (4) 安息香酸及びサリチル酸 本品 0.5 g を水 10mL に溶かし、酢酸 5 滴及び 塩化鉄 (III) - 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。
- (5) トルエンスルホンアミド類 *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミドとして $25\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品 10.0 g を水 50mL に溶かす。この液を、酢酸エチル 30mL ずつで 3 回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液 (1→4) 30mL で洗い、酢酸エチル層を乾燥したフラスコに移す。これに 無水 硫酸ナトリウム 約 10 g を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液をナス型フラスコに移す。ろ紙上の残留物を酢酸エチル 10mL ずつで 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去する。この残留物にカフェイン 一水和物・酢酸エチル溶液 (1→~~4~~, 000) 1.0mL を正確に加えてかき混ぜた後、1 分間放置し、上澄液を検液とする。必要があれば遠心分離する。別に *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミド 約 ~~0.025 g~~ 25mg ずつを精密に量り、酢酸エチルを加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 1 mL を正確に量り、減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去した後、残留物にカフェイン 一水和物・酢酸エチル溶液 (1→~~4~~, 000) 1.0mL を加えて溶かし、標準液とする。検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ロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ 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% ジフェニル 95% ジメチルポリシロキサンを 0.25 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 185°C

注入口温度 250°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 カフェインのピークが約 10 分後に現れるように調整する。

検液及び標準液のカフェインのピーク面積に対する *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミドのピーク面積比 Q_{T1} と Q_{T2} 及び Q_{S1} と Q_{S2} を求め、次式により、トルエンスルホンアミド類の含量を求める。

$$= \left[\frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times \underline{WM}_{S1} + \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times \underline{WM}_{S2} \right] \times \frac{1}{\text{試料の採取量}} \times 100 \text{ (}\underline{\%}\text{)}$$

ただし、 \underline{WM}_{S1} : 標準液 1 mL 当たりの *o*-トルエンスルホンアミドの採取量 (g)

\underline{WM}_{S2} : 標準液 1 mL 当たりの *p*-トルエンスルホンアミドの採取量 (g)

(6) 硫酸呈色物 本品0.20 gを硫酸呈色物用硫酸5 mLに溶かし、48～50℃で10分間保つとき、液の色は、比色標準液Aより濃くない。

乾燥減量 15.0%以下 (120℃, 4時間)

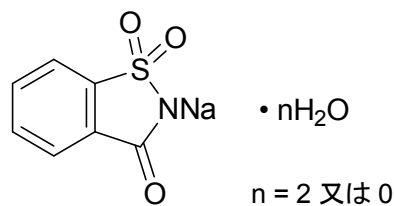
定量法 本品を乾燥し、その約0.3 gを精密に量り、非水滴定用酢酸40 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L過塩素酸液1 mL=20.22 mg $C_{14}H_8CaN_2O_6S_2$.

サッカリンナトリウム

Sodium Saccharin

溶性サッカリン



$C_7H_4NNaO_3S \cdot nH_2O$ ($n = 2$ 又は 0) 分子量 2水和物 241.20 無水物 205.17

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide dihydrate [6155-57-3]

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9]

含量 本品を乾燥したものは、サッカリンナトリウム ($C_7H_4NNaO_3S$) 99.0～~~101.0~~%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、味は極めて甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mLに塩酸 (1→4) 1mLを加えて1時間放置し、生じた白色の結晶性の沈殿をろ過し、ろ紙上の残留物をよく水洗し、105℃で2時間乾燥したものの融点は、226～230℃である。

(2) 「サッカリン」の確認試験(1)を準用する。

(3) 「サッカリン」の確認試験(2)を準用する。

(4) 本品の溶液 (1→10) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (粉末1.0 g, 水1.5mL)

無色、澄明 (粉末1.0 g, エタノール (95) 70mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水10mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈さない。更に0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして1µg/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(5) 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品0.5 gを水10mLに溶かし、酢酸5滴及び塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 六水和物溶液 (1→10) 3滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6) オルトトルエンスルホンアミド ~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド

ドとして 25 μ g/g 以下

本品 10 g を水 50 ~~mL~~ mL に溶かし、以下「サッカリン」の純度試験 ~~(6)~~ (5) を準用する。

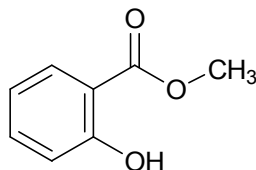
乾燥減量 15.0%以下 (120°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 2 滴)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 20.52 mg C₇H₄NNaO₃S

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



C₈H₈O₃

分子量 152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate [119-36-8]

含量 本品は、サリチル酸メチル (C₈H₈O₃) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.534 \sim 1.538$

比重 $d_{25}^{25} = 1.176 \sim 1.185$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20} = 1.535 \sim 1.538$~~

~~(2) 比重 1.183 ~ 1.189~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 8.0ml)~~

~~(4) 酸価 0.52.0 以下 (香料試験法) ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。~~

定量法 ~~本品約 0.9 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。~~

~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 76.07 mg C₈H₈O₃~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

酸化カルシウム (2013年10月22日告示)

Calcium Oxide

CaO

分子量 56.08

Calcium Oxide [1305-78-8]

含量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム (CaO) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白～うすい灰色の粉末、粒又は塊である。

確認試験 (1) 本品 1 g を水で潤すとき発熱し、更にこれに 5 ~~mL~~ mL の水を加えて懸濁した液は、ア

ルカリ性を呈する。

- (2) 本品 1 g に水 20mL を加え、酢酸を滴加して沈殿を溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

あらかじめ、るつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g 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、沸騰させる。冷後、必要があれば、塩酸を加えて酸性とし、先のガラスろ過器でろ過する。ガラスろ過器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洗い、ガラスろ過器とともに 105°C で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

- (2) フッ化物 F として 150µg/g 以下

本品 0.10 g を量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1 → 10) 10mL を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これに クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 4) 15mL 及び エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 40) 10mL を加えて混合し、塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) で pH 5.4 ~ 5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

フッ化物イオン標準原液 5mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000mL とする。この液 3mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物 (1 → 4) 15mL 及び エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 40) 10mL を加えて混合し、塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) で pH 5.4 ~ 5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

- (3) 鉛 Pb として 2.0 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1 → 4) 20mL を加えて、超音波処理した後、蒸発乾固する。残留物に水 20mL を加え、試料液とする。第 5 法により試験を行う。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) の量を 50mL に変更する。指示薬としてプロモチモールブルー試液 1mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~本品 2.0 g を量り、100mL のビーカーに入れて、塩酸 (1 → 4) 20mL を少しずつ加えて、超音波処理して溶かし、蒸発乾固した後、残留物に水 20mL を加えて溶かし、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) 50mL 及びプロモチモールブルー試液 1mL を加え、液が黄緑色を呈するまでアンモニア水を加える。この液を 200mL の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100mL とする。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3 → 100) 5mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液 1mL~~

~~を正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液4mlを正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。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。~~

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 3.6%以下

本品約0.5gを精密に量り、水30mL及び塩酸(1→4)15mLを加えて溶かす。この液を加熱し、1分間沸騰させた後、直ちにシュウ酸二水和物溶液(3→50)40mLを加え、激しくかき混ぜる。これにメチルレッド試液2滴を加え、液が黄色を呈するまでアンモニア試液を滴加してカルシウムを沈殿させる。この液を水浴上で1時間加熱し、冷後、水を加えて100mLとし、よく混合した後、ろ過する。ろ液50mLをあらかじめ800℃で30分強熱して、デシケーター中で放冷し質量を精密に量った白金製のろつぼに入れ、硫酸0.5mLを加え蒸発乾固した後、恒量になるまで800℃で強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) バリウム Baとして300µg/g以下

本品約1.0gを精密に量り、塩酸(1→10)を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて正確に100mLとし、検液とする。別にバリウム標準液1mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて1,000mLとする。この液30mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて100mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法により試験を行うとき、検液の発光強度は、比較液の発光強度以下である。

(6) ヒ素 As_2O_3 として4.03µg/g以下 (0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に塩酸(1→4)8mL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(800℃, 恒量)

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、更に水を加えて正確に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エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mL = 2.804mg CaO

酸化デンプン

Oxidized Starch

定義 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理して得られたものである。

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) カルボキシ基

「アセチル化酸化デンプン」の確認試験(4)を準用する。

純度試験 (1) カルボキシ基 1.1%以下

「アセチル化酸化デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして2.02µg/g以下(5.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として4.03µg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) 二酸化硫黄 50µg/g以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C~~, 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

Mg O

分子量 40.30

Magnesium oxide [1309-48-4]

含量 本品を強熱したものは、酸化マグネシウム (Mg O) 96.0%以上を含む。

性状 本品は、白色又は類白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品 1 g に塩酸 (1→4) 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 2.0%以下

本品 2.0 g を量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で5分間加熱した後、直ちにろ過する。冷後、ろ液 25 ~~mL~~ mL を量り、水浴中で蒸発乾固する。残留物を 105°C で1時間乾燥し、その質量を量る。

(2) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品 2.0 g を量り、水 75 ~~mL~~ mL 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、する。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 水でよく洗った後熱湯で洗い、ろ紙と共に 徐々に加熱して炭化した後、450~550°C で3時間強熱し、残留物の質量を量る。

(3) 遊離アルカリ (1)のろ液 50 ~~mL~~ mL を量り、メチルレッド試液2滴を加え、0.05mol/L 硫酸 2.0 ~~mL~~ mL を加えるとき、液の色は、赤色を呈する。

~~(4) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 25mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固し、蒸発終了近くに残留物をよくかき混ぜて微粉末にする。これに水 20mL を加えて溶かし、同様に蒸発乾固した後、残留物に水 20mL を加えて溶かす。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 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) 酸化カルシウム 1.5%以下

定量法のA液 50 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて 300 ~~mL~~ mL とし、酒石酸 L (+) - 酒石酸 溶液 (1→5) 0.6 ~~mL~~ mL を加え、更に トリエタノールアミン 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール 溶液 (3→10) 10 ~~mL~~ mL, 水酸化カリウム溶液 (1→2) 10 ~~mL~~ mL を加え、5分間放置した後、マイクロビューレットを用いて 0.01mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g), その消費量を b ~~mL~~ mL とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるとし、次式により含量を求める。

$$b (\text{mL}) \times 0.5608$$

$$\text{酸化カルシウム (CaO) の含量 (\%)} = \frac{\quad}{\quad} \text{---(\%)} \text{---}$$

試料の採取量 (g)

(6) ヒ素 As_2O_3 として $4.03 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に塩酸 (1→4) ~~5 mL~~ 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 (1,000°C, 30 分間)

定量法 本品を強熱し、その約 0.5 g を精密に量り、水 ~~5 mL~~ で潤し、塩酸 ~~10 mL~~ と過塩素酸 ~~10 mL~~ を加え、時計皿で蓋をして徐々に加熱し、濃厚な白煙が出始めてから、更に 10 分間加熱する。冷後、温水約 ~~50 mL~~ と塩酸 (1→2) ~~5 mL~~ を加え、少し加熱して直ちに定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、ろ液に水を加えて正確に ~~500 mL~~ とし、A 液とする。A 液 ~~10 mL~~ を正確に量り、水を加えて ~~100 mL~~ とし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) ~~5 mL~~ とエリオクロムブラック T 試液 2 滴を加え、直ちに 0.01mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定し、その消費量 ~~a mL~~ を求める。終点は、液の赤色が青色となるときとする。純度試験 (5) で得た消費量 ~~b mL~~ を用い、次式により含量を求める。

$$(a - 0.2b) \times 2.015$$

酸化マグネシウム (MgO) の含量 (%) = $\frac{\quad}{\quad} \times 100$ (%)

試料の採取量 (g)

サンゴ未焼成カルシウム (新規)

Non-calcinated Coral Calcium

コーラルカルシウム

サンゴカルシウム

定義 本品は、イシサンゴ目の造礁サンゴを、殺菌、乾燥し、粉末にして得られたものである。
主成分は炭酸カルシウムである。

含量 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム ($CaCO_3=100.09$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、白～帯黄白色の粉末である。

確認試験 本品 1 g に水 10mL 及び酢酸 (1→4) 7 mL を加えるとき、泡立って溶ける。この液を沸騰させて二酸化炭素を追い出した後、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 3.0%以下

本品 5.0 g を量り、水 10mL を加え、かき混ぜながら徐々に塩酸 12mL を滴加し、更に水を加えて全量を 200mL とする。この液を定量分析用ろ紙 (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熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その質量を量る。

(2) 鉛 Pb として $2 \mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(3) アルカリ金属及びマグネシウム 12.0%以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→10) 30mL を徐々に加えて溶かし、沸騰させて二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→25) 60mL を加

え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mLとし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その質量を量る。

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

本品を水1mLで潤し、塩酸(1→4) 5mLを加えて沸騰させ、冷後、必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、検液とする。

乾燥減量 2.0%以下 (105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、塩酸(1→4) 10mLに徐々に加えて溶かす。必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせる。水を加えて正確に100mL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 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 5.004mg CaCO_3

酸性白土

Acid Clay

定義 本品は、モンモリロナイト系粘土鉱物を精製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、灰白～黄褐色の粉末又は粒状である。

確認試験 (1) 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mLを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

(2) 本品2.0gを、水100mLを入れた100mL共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、24時間放置するとき、下層に分離する沈降物は15mL以下である。

純度試験 (1) ~~液性~~ pH 4.0～10.0

本品10.0gを量り、水100mLを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上でときどき時々振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター(孔径0.45 μm)を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mLとし、検液とする。

純度試験 (1) ~~(2)~~ 水可溶物 0.50%以下

~~(1)~~ pHの検液50mLを量り、蒸発乾固し、残留物を110°Cで2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3)~~ (2) 鉛 Pb として $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.10 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品1.0gを量り、塩酸(1→25) 20mL及び水50mLを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、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20mL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。~~

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(4)~~ (3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3)のA本品に塩酸(1→25) 20mL及び水 50mLを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとし、この液 50mLを量り、水浴上で蒸発して5mLとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 35.0%以下(110℃, 3時間, 次に 550℃, 3時間)

酸性ホスファターゼ

Acid Phosphatase

ホスホモノエステラーゼ

定義 本品は、糸状菌(*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*に限る。), 若しくは細菌(*Escherichia coli*に限る。)の培養物より得られた、リン酸モノエステルを分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においが無いか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、酸性ホスファターゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして 5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして 3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

酸性ホスファターゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し500mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニルリン酸二ナトリウム六水和物0.186gを量り、pH4.5の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)を加えて溶かし、50mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.5mLを量り、37℃で5分間加温し、試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、37℃で10分間加温した後、炭酸ナトリウム試液(0.25mol/L) 4mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、37℃で10分間加温し、炭酸ナトリウム試液(0.25mol/L) 4mLを加えて直ちに振り混ぜ、次に試料液0.5mLを加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長405nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

三二酸化鉄

Iron Sesquioxide

三酸化二鉄
ベンガラ

Fe₂O₃

分子量 159.69

Iron(III)oxide [1309-37-1]

含量 本品は、三酸化鉄(Fe₂O₃) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、赤～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品1 gに塩酸(1→2) 3 mLを加え、加熱して溶かした液は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 0.75%以下

本品5.0 gを量り、水200 mLを加えて5分間煮沸する。冷後、水を加えて250 mLとし、ろ過し、初めのろ液約50 mLを捨て、残りのろ液100 mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を、105～110℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) 重金属 Pbとして40 µg/g以下~~

~~本品1.0 gを量り、磁製皿に入れ、塩酸(1→2) 20 mLを加え、加熱して溶かし、約1 mLになるまで蒸発濃縮した後、王水6 mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→2) 5 mLを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿は塩酸(1→2) 5 mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル40 mLずつで2回、次にジエチルエーテル20 mLを用いて振り混ぜた後、放置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05 gを加えて溶かし、水浴上で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加し、酢酸(1→20) 4 mLを加えてよく振り混ぜ、必要があればろ過し、水を加えて50 mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液4.0 mLに塩酸(1→2) 20 mLを加え、検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(2) 鉛 Pbとして10 µg/g以下 (0.40 g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20 mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20 mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 1.5 µg/g以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

~~本品1.0 gを量り、に塩酸(1→2) 30 mL及び硝酸1 mLを加え、加熱して溶かし、水浴上で蒸発濃縮して約5 mLとし、水15 mLを加え、ろ過する。ろ紙上の不溶物は温湯5 mLずつで3回洗い、洗液はろ液に合わせる。この液に、硫酸1 mLを加え、白煙が発生しなくなるまで蒸発濃縮する。次に亜硫酸亜硫酸水 10 mLを加え、約2 mLになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて5 mLとし、これを検液とする。装置Bを用いる。~~

定量法 本品約0.2 gをヨウ素瓶フラスコに精密に量り、塩酸5 mLを加え、水浴上で加温加熱して溶かし、水25 mL及びヨウ化カリウム3 gを加え、密栓し、暗所で15分間放置した後、水100 mLを加え、遊離したヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色うすい黄色になったとき、デンプン試液3 mLを加え、生じた青色が脱色されるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1 mL=7.984 mg Fe₂O₃

次亜塩素酸水

Hypochlorous Acid Water

定義 本品は、塩酸又は塩化ナトリウム水溶液を電解することにより得られる、次亜塩素酸を主成分とする水溶液である。本品には、強酸性次亜塩素酸水（0.2%以下の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽（隔膜で隔てられた陽極及び陰極により構成されたものをいう。以下この項において同じ。）内で電解して、陽極側から得られる水溶液をいう。）、弱酸性次亜塩素酸水（適切な濃度の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽内で電解して、陽極側から得られる水溶液又は陽極側から得られる水溶液に陰極側から得られる水溶液を加えたものをいう。）及び微酸性次亜塩素酸水（適切な濃度の塩酸又は適切な濃度の塩酸に塩化ナトリウム水溶液を加えて適切な濃度に調整した水溶液を無隔膜電解槽内で電解して得られる水溶液をいう。）がある。

含量 強酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 20～60mg/kg を含む。

弱酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～60mg/kg を含む。

微酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～80mg/kg を含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがなく又はわずかに塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→2,500）1 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。更にデンプン試液 0.5 mL を加えるとき、液は、濃青色を呈する。

(2) 本品 5 mL に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1 mL を加え、これに硫酸（1→20）1 mL を加えるとき、液の赤紫色は退色しない。

(3) 本品 90 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→5）10 mL を加えた液は、波長 290～294nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 液性 pH 強酸性次亜塩素酸水 pH2.7 以下

弱酸性次亜塩素酸水 pH2.7～5.0

微酸性次亜塩素酸水 pH5.0～6.5

純度試験 (2) 蒸発残留物 0.25%以下

本品 20.0 g を量り、蒸発した後、110℃で2時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

定量法 本品約 200 g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸（1→4）10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 0.3545mg Cl

次亜塩素酸ナトリウム

Sodium Hypochlorite

次亜塩素酸ソーダ

NaClO

分子量 74.44

Sodium hypochlorite

含量 本品は、有効塩素 4.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡緑黄色の液体で、塩素のにおいがある。

確認試験 (1) 本品は、ナトリウム塩の反応(1)及び次亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→25) 4 mL にリン酸緩衝液(pH8) 100 mL を加えた液は、波長 291～294nm に極大吸収部がある。

(3) 本品に 赤色リトマス紙 リトマス紙(赤色) を浸すとき、赤色リトマス紙 リトマス紙(赤色) は青変し、次に退色する。

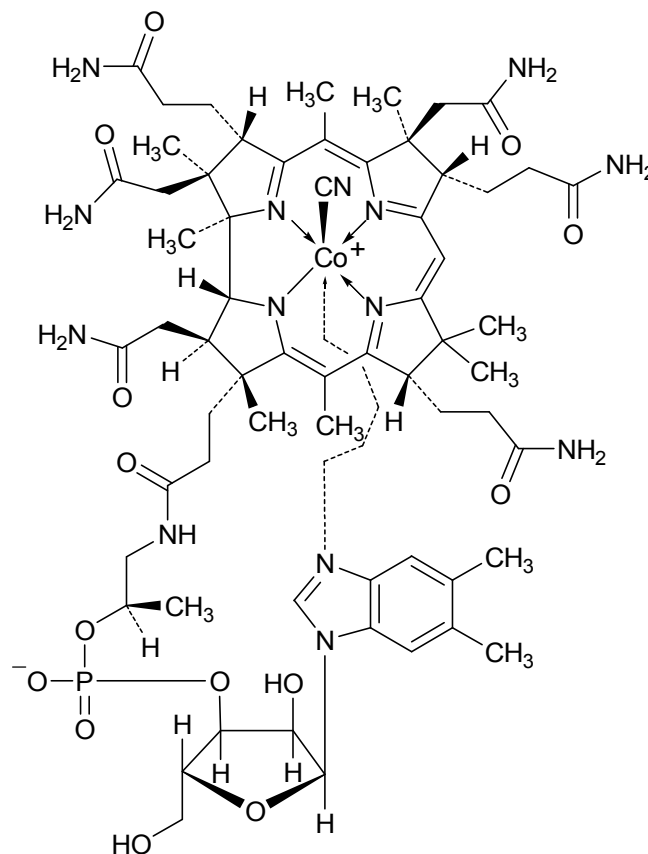
定量法 本品約 3 g を精密に量り、水 50 mL を加え、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸(1→4) 10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.545mg Cl

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミン B₁₂



C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P

分子量 1355.37

Co α-[α-(5,6-Dimethyl-1H-benzimidazol-1-yl)]-Co β-cyanocobamide [68-19-9]

定義 本品は、放線菌 (Streptomyces 属に限る。) 又は細菌 (Agrobacterium 属, Bacillus 属, Flavobacterium 属, Propionibacterium 属又は Rhizobium 属に限る。) の培養液より、分離して得

られたものである。成分はシアノコバラミンである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、シアノコバラミン ($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$) 96.0~102.0%を含む。

性状 本品は、暗赤色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 定量法の検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、本品の吸収スペクトルは標準品の吸収スペクトルと同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム ~~0.05 g~~ 50 mg を加えて混和し、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かす。フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を滴加し、~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g、酢酸 (3→50) 0.5 mL 及び 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溶液 (1→500) 0.5 mL を加えるとき、液は直ちに赤~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5 mL を追加し、1 分間煮沸しても液の色は消えない。

(3) 本品 5 mg を 50 mL の蒸留フラスコにとり、水 5 mL を加えて溶かし、~~次亜リン酸~~ ホスフィン酸 2.5 mL を加えた後、短い冷却器を付け、冷却器の先端を試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 1 mL 中に浸す。次いで、10 分間穏やかに煮沸し、留液 1 mL を得るまで蒸留する。試験管中の液に ~~硫酸第一鉄アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (II) 飽和溶液 4 滴を加えて穏やかに振り混ぜ、フッ化ナトリウム ~~0.03 g~~ 30 mg を加えて沸騰するまで加熱した後、直ちに硫酸 (1→~~6.7~~) を液が澄明になるまで滴加し、更に硫酸 (1→~~6.7~~) 3~5 滴を追加するとき、液は青~青緑色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 赤色、澄明 (~~0.020 g~~ 20 mg, 水 10 mL)

~~(2) プソイドシアノコバラミン 本品 1.0 mg を水 20 mL に溶かし、分液漏斗に入れ、m-クレゾール/四塩化炭素混液 (1:1) 5 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜた後、放置して下層を別の分液漏斗に移し、硫酸 (1→7) 5 mL を加え、激しく振り混ぜた後静置する。必要があれば遠心分離するとき、上層は無色か、又は比較液より濃くない。~~

~~比較液: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6 mL に水を加えて 1,000 mL とする。~~

(2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし、検液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、検液のシアノコバラミン以外のピークの合計面積は、標準液のシアノコバラミンのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒のピークの後からシアノコバラミンの保持時間の 4 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 361 nm)

カラム充填剤 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 30°C 付近の一定温度

移動相 リン酸水素二ナトリウム 10 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 3.5 に調整する。

この液 147 mL にメタノール 53 mL を加える。

流量 シアノコバラミンの保持時間が約 7 分になるよう調整する。

システム適合性

検出の確認：検液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L から得たシアノコバラミンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のシアノコバラミンのピーク面積の 7～13% になることを確認する。

システムの性能：本操作は溶液調製後、速やかに行う。本品 25 mg に水 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 0.5 mL 及び塩酸試液 (0.05 mol/L) 0.5 mL を加え、更に水を加えて 25 mL とし、振り混ぜる。5 分間静置後、この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とした液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、2 本の主ピークを示し、それらのピークの分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

乾燥減量 12.0% 以下 (~~0.050 g~~ 50 mg, 0.67 kPa 以下, 乾燥剤 酸化リン (V), 100°C, 4 時間)

定量法 本品約 ~~0.02 g~~ 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000 mL とし、検液とする。別にあらかじめ乾燥減量を測定したシアノコバラミン標準品約 ~~0.02 g~~ 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000 mL とし、標準液とする。検液及び標準液につき、水を対照として波長 361 nm 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。

シアノコバラミン ($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物換算したシアノコバラミン標準品の採取量 (g)} \quad A_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times \frac{100}{\text{---}} \times 100 \text{---} (\%)$$

次亜硫酸ナトリウム

Sodium Hydrosulfite

ハイドロサルファイト

$Na_2S_2O_4$

分子量 174.11

Sodium dithionite [7775-14-6]

含量 本品は、次亜硫酸ナトリウム ($Na_2S_2O_4$) 85.0% 以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰白色の結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→20) 2 mL を加えるとき、液の色は、灰黒色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mL を加えるとき、液の色は直ちに消える。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 微濁

あらかじめホルマリンホルムアルデヒド液 10 mL に水 10 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和した液 10 mL に本品 0.50 g を量って加えて溶かし、5 分間放置し、検液とする。

~~(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下~~

~~本品5.0gを量り、熱湯30mlを加えて溶かし、塩酸5mlを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に熱湯15ml及び塩酸5mlを加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に水を加えて溶かし、約20mlとし、ろ過し、水を加えて25mlとし、試料液とする。試料液10mlを量り、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2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)40mLを加え、蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 亜鉛 Znとして80 μ g/g以下

(2)の試料液5mLを量り、アンモニア試液0.1mLを加え、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、水を加えて20mLとし、塩酸(1→4)5mL及び新たに調製したフェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)0.1mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。

比較液は、亜鉛標準液8.0mLを量り、ネスラー管に入れ、水を加えて20mLとし、塩酸(1→4)5mL及び新たに調製したフェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)0.1mLを加え、15分間放置する。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下(5.0g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品5.0gを量り、~~に~~水を加えて~~に~~溶かし、25mLとする。この液5mLを量り、硫酸1mLを加え、約2mLになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10mLとする。この液5mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

(5) ~~エチレンジアミン四酢酸三ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

本品0.5gを量り、水5mLに溶かし、クロム酸カリウム溶液(1→200)2mL及び三酸化ヒ素試液2mLを加えて水浴中で2分間加熱するとき、液は、紫色を呈さない。

(6) ギ酸塩 HCHOとして0.050%以下

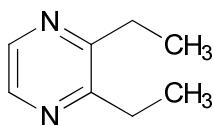
本品1.0gを量り、水に溶かし、1,000mLとする。この液10mLを量り、塩酸(1→2)5mLを加え、次に~~マグネシウム末~~マグネシウム粉末約0.3gを少量ずつ加え、泡の発生がほとんど認められなくなった後、時計皿で覆い、2時間放置し、検液とする。この液1mLを量り、硫酸2mL及びクロモトロープ酸試液0.5mLを加え、水浴中で10分間加熱するとき、液の色は比較液を検液と同様に操作した液の色より濃くない。比較液は、~~希ホルムアルデヒド標準液~~ホルムアルデヒド標準液(2 μ g/mL)1.0mLを量り、塩酸(1→2)5mLを加え、~~以下検液の場合と同様に操作して調製する~~た液を用いる。

定量法 あらかじめ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液10mLに水10mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→25)で中和した液に本品約2gを精密に量って加え、更に水を加えて溶かし、正確に500mLとする。この液25mLを正確に量り、塩酸(1→10)を加えてpH1.1~1.5に調整した後、次亜硫酸ナトリウム用0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。

0.05mol/Lヨウ素溶液1mL=4.353mg Na₂S₂O₄

2,3-ジエチルピラジン (2014年11月17日告示)

2,3-Diethylpyrazine



$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.19

2,3-Diethylpyrazine [15707-24-1]

含量 本品は、2,3-ジエチルピラジン ($C_8H_{12}N_2$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

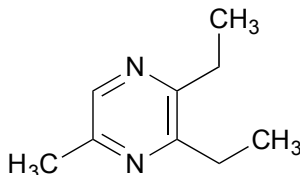
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率** $n_D^{20} = 1.492 \sim 1.509$

~~(2)~~ **比重** $d_{25}^{25} = 0.956 \sim 0.976$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2,3-ジエチル-5-メチルピラジン

2,3-Diethyl-5-methylpyrazine



$C_9H_{14}N_2$

分子量 150.22

2,3-Diethyl-5-methylpyrazine [18138-04-0]

含量 本品は、2,3-ジエチル-5-メチルピラジン ($C_9H_{14}N_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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)~~ **屈折率** $n_D^{20} = 1.493 \sim 1.505$

~~(2)~~ **比重** $d_{25}^{25} = 0.938 \sim 0.957$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

シェラック

Shellac

セラック

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、アレウリチン酸とシェロール酸又はアレウリチン酸とジャラール酸のエステルを主成分とするものである。

本品には、白セラック及び精製セラックがあり、ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

白セラック

性状 本品は、白～淡黄色の顆粒状又は小粒状の細片で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 12 g にエタノール (95) 60 mL を加えて振り混ぜるとき、常温で3時間以内に溶ける。また、本品 12 g にトルエン 60 mL を加えて同様に操作するとき、溶けない。ただし、含ロウ品にあつてはロウの微細粒子が分散した溶液となる。

(2) 本品 0.05 g を 170°C の熱板上で加熱して熔融し、更に続けて加熱するとき、熱重合してゴム状になる。冷後、これにエタノール (95) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、溶けない。

純度試験 (1) 酸価 73～89

本品約 1 g を精密に量り、中和エタノールエタノール (中和) 50 mL 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、30 秒間持続する紅赤色を呈するまで滴定するか、又は電位差計を用いて滴定する。

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 2.0 1.5 µg/g 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) ロウ 含ロウ品 5.5% 以下 脱ロウ品 0.2% 以下

本品 10.0 g に炭酸ナトリウム炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→60) 150 mL を加え、水浴上で振り混ぜて溶かし、更に時計皿で覆い、静置したまま3時間加熱した後、水で1時間以上冷却する。浮遊するロウをろ取り、ロウ及びろ紙を水で洗った後、ビーカーに入れ、ほとんど水分がなくなるまで 65°C 以下で乾燥し、ロウをろ紙とともにソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる。ビーカーにはヘキサンを適量注ぎ、加温してロウを溶かし、先の円筒ろ紙に入れ、ヘキサンで2時間抽出する。ヘキサン液を蒸発乾固し、残留物を 105°C で3時間乾燥し、質量を測定する。

(5) ロシン 本品 2.0 g を無水エタノールエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、振り混ぜながらヘキサン 50 mL を徐々に加える。この液を 200 mL の分液漏斗に入れ、水 50 mL ずつで2回洗い、上層液をとり、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物に無水酢酸 5 mL を加え、必要があれば水浴上で加温加熱して溶かす。溶けた液を試験管に移し、硫酸1滴を加えるとき、液の色は紫赤色から紫色を経て黄土色への変化を呈さない。

乾燥減量 6.0% 以下 (40°C で4時間乾燥後、デシケーターで15時間乾燥する。)

灰分 1.0% 以下

精製セラック

性状 本品は、黄～暗褐色の細片で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 「白シェラック」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 酸価 60～80 「白シェラック」の純度試験(1)を準用する。ただし、終点の確認は、電位差計を用いる。

~~(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下(5.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液10mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.01.5 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

「白シェラック」の純度試験(4)を準用する。

(5) ロシン 「白シェラック」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 2.0%以下(40℃で4時間乾燥後、デシケーターで15時間乾燥する。)

灰分 1.0%以下

ジェランガム

Gellan Gum

ジェラン多糖類

[71010-52-1]

定義 本品は、スフィンゴモナス属細菌(*Sphingomonas elodea* に限る。)の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、ジェランガム85.0～108.0%を含む。

性状 本品は、白～類褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 水に溶けて粘稠な液になる。

(2) 本品1gを量り、100 mL の水を加えて2時間かき混ぜる。この液の少量をピペットにとり、10%塩化カルシウム溶液塩化カルシウム二水和物溶液(1→10)に加えるとき、線状のゲルが直ちに生じる。

(3) (2)で得られた液90 mL に、塩化ナトリウム0.50gを加え、この液をかき混ぜながら80℃に加熱し、1分間保持した後、かき混ぜずに室温まで放冷するとき、ゲルを生じる。

純度試験 (1) 総窒素 3%以下

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして2.02 μ g/g以下(5.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) 2-プロパノール 0.075%以下

(i) 装置 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)(8)の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約2gをナス型フラスコAに精密に量り、水200 mL 、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約1 mL を入れ、よく混和する。内標準溶液4 mL 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2～3 mL の留出速度で蒸留して、留分が約90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、

~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノール溶液（1→1,000）とする。別に、2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50~~mL~~とする。この液 5~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 50~~mL~~とする。この液 3~~mL~~及び内標準溶液 8~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 200~~mL~~とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0~~μL~~ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.3 \text{ (\%)} -$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下 (105 $^{\circ}\text{C}$, 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 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 10000 以下、真菌数は 400 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ で 48 \pm 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ で 24 \pm 2 時間培養したものを前培養液とし、5 回試験を行う。なお、先の試料液又は前培養液の調製時に試料が均一に分散しない場合には、試料と混合する希釈用の液又は培地をそれぞれ 500mL として調製を行い、真菌数試験では、平板への試料液の分注量を 2 mL とし、サルモネラ試験は、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

定量法 あらかじめクロマトグラフィー用ケイソウ土約 1 g を精密に量り、ガラスろ過器 (1 G 3) に加えて均一になるように広げ、105 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。乾燥した本品約 0.2 g を精密に量り、水 50~~mL~~を加え水浴中でかき混ぜて溶解し、60~70 $^{\circ}\text{C}$ に加温した 2-プロパノール 200~~mL~~を加えてよくかき混ぜた後、一夜放置する。得られた沈殿を 78vol% 2-プロパノールを用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物を 20~~mL~~の 78vol% 2-プロパノールで 3 回洗った後、10~~mL~~の 78vol% 2-プロパノールで 2 回洗う。このガラスろ過器を 105 $^{\circ}\text{C}$ で一夜乾燥した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

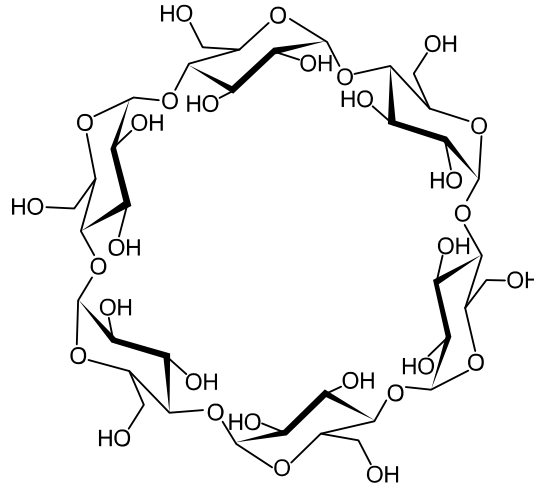
$$\text{残留物の質量 (g)}$$

$$\text{ジェランガムの含量 (\%)} = \frac{\text{---}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{---} (\%)$$

α -シクロデキストリン

α -Cyclodextrin

α -サイクロデキストリン



$C_{36}H_{60}O_{30}$

分子量 ~~972.85~~ 972.84

Cyclomaltohexaose [10016-20-3]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち6個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、 α -シクロデキストリン ($C_{36}H_{60}O_{30}$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で ~~加温加熱~~ して溶かした後、室温に放置冷水に浸して冷却するとき、~~青紫色~~ 暗赤紫色の沈殿を生じる。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし, 30 分以内に測定する。

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$~~

~~本品を乾燥し, その約 1 g を精密に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, 30 分以内に旋光度を測定する。~~

~~(2) (1)~~ 溶状 無色, 澄明 (0.50 g, 水 50 ~~mL~~ mL)

~~(3) (2)~~ 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25 ~~mL~~ mL)

~~(4) 重金属 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(5) (3)~~ 鉛 Pb として ~~1.0~~ 1 μ g/g 以下 (~~10.0 g, 第 1 法~~ 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレイム方式)

~~(6) (4)~~ ヒ素 As_2O_3 として ~~1.3~~ 1 μ g/g 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(7) (5)~~ 還元物質 本品を乾燥し, その 1.0 g を 正確に量り, 水 25 ~~mL~~ mL に溶かし, フェーリング試液 40 ~~mL~~ mL を加え, 3 分間穏やかに煮沸する。冷後, 沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意

しながら、上澄液をガラスろ過器（1 G 4）を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第三鉄（III）試液 20 mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2 mL 以下である。

乾燥減量 14.0%以下（~~105℃、0.67kPa 以下、4時間~~ 120℃、2時間）

強熱残分 0.10%以下（550℃）

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、加熱した水約 35 mL を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に定量用 α-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7 g を精密に量り、加熱した水約 45 mL を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、標準液とする。更にこの標準液 5 mL ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10 mL 及び 20 mL とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 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う。それぞれの標準液の α-シクロデキストリ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 α-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の α-シクロデキストリンの量（g）を求め、次式により含量を求める。

$$\alpha\text{-シクロデキストリンの含量(\%)} = \frac{\text{検液中の}\alpha\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9~1030 μm 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 5~10mm, 長さ 20~50cm のステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

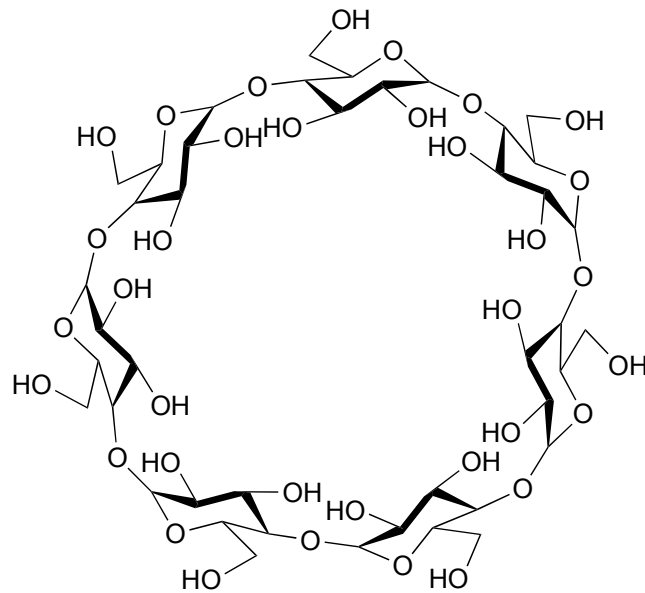
移動相 水

流量 0.3~1.0 mL/分の一定量

β-シクロデキストリン

β-Cyclodextrin

β-サイクロデキストリン



$C_{42}H_{70}O_{35}$

分子量 1134.98

Cyclomaltoheptaose [7585-39-9]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち7個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、 β -シクロデキストリン ($C_{42}H_{70}O_{35}$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした後、室温に放置冷水中に浸して冷却するとき、黄褐色赤褐色の沈殿を生じる。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし、30 分以内に測定する。

純度試験 (1) ~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$~~

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、30 分以内に旋光度を測定する。~~

(2)(1) 溶状 無色、澄明 (0.50 g, 水 50 mL)

(3)(2) 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL)

~~(4) 重金属 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5)(3) 鉛 Pb として 1.0 μ g/g 以下 (4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6)(4) ヒ素 As_2O_3 として 1.0 μ g/g 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(7)(5) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0 g を正確に量り、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄 (III) 試液 20 mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、

水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は3.2mL以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (~~105℃、0.67kPa以下、4時間~~120℃、2時間)

強熱残分 0.10%以下 (550℃)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、加熱した水約35mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、検液とする。別に定量用β-シクロデキストリンを乾燥し、約0.7gを精密に量り、加熱した水約45mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に10mL及び20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ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。それぞれの標準液のβ-シクロデキストリ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β-シクロデキストリンのピーク面積から検液中のβ-シクロデキストリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

~~β-シクロデキストリン(C₄₂H₇₀O₃₅)の含量 = (検液中のβ-シクロデキストリンの量(g)) / 試料の採取量(g) × 100 (%)~~

β-シクロデキストリン(C₄₂H₇₀O₃₅)の含量(%) =
$$\frac{\text{検液中の}\beta\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100$$
 (%)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9~1030μm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5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

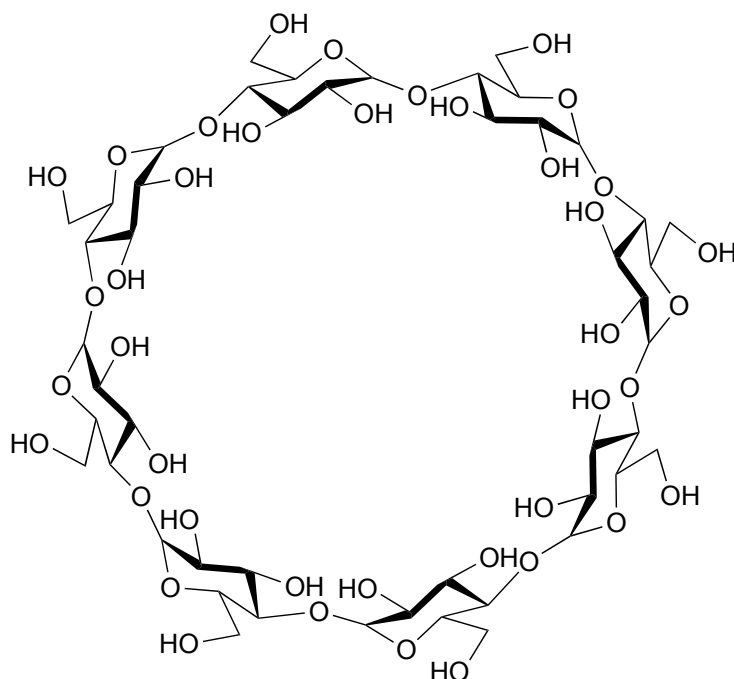
移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分の一定量

γ-シクロデキストリン

γ-Cyclodextrin

γ-サイクロデキストリン



$C_{48}H_{80}O_{40}$

分子量 ~~1297.14~~1297.12

Cyclomaltooctaose [17465-86-0]

定 義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち8個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

含 量 本品を乾燥したものは、 γ -シクロデキストリン ($C_{48}H_{80}O_{40}$) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で ~~加温加熱~~ して溶かした後、室温に放置冷水に浸して冷却するとき、赤褐色褐色の沈殿を生じる。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$ (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし, 30 分以内に測定する。

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$~~

~~本品を乾燥し, その約 1 g を精密に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, 30 分以内に旋光度を測定する。~~

~~(2) (1) 溶状 無色, 澄明 (0.50 g, 水 50 ~~mL~~ mL)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25 ~~mL~~ mL)~~

~~(4) 重金属 Pb として 5.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(5) (3) 鉛 Pb として 1.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (10.0 g, 第 1 法 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(6) (4) ヒ素 As_2O_3 として 1.3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~(7) (5) 還元物質 本品を乾燥し, その 1.0 g を正確に量り, 水 25 ~~mL~~ mL に溶かし, フェーリング試液 40 ~~mL~~ mL を加え, 3 分間穏やかに煮沸する。冷後, 沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら, 上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) を用いてろ過し, 沈殿を温水で洗液がアルカリ性を~~

呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第三鉄(III)試液 20mLを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は3.2mL以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa 以下, 4時間, 120℃, 2時間)

強熱残分 0.10%以下 (550℃)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、加熱した水約35mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、検液とする。別に定量用γ-シクロデキストリンを乾燥し、約0.7gを精密に量り、加熱した水約45mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に10mL及び20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ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。それぞれの標準液のγ-シクロデキストリ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γ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中のγ-シクロデキストリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\gamma\text{-シクロデキストリンの含量(\%)} = \frac{\text{検液中の}\gamma\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9~1030μm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5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分の一定量

シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ

Cyclodextrin glucanotransferase

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*に限る。) 若しくは細菌 (*Anoxybacillus caldiproteolyticus*, *Bacillus* 属, *Brevibacterium* 属, *Corynebacterium* 属, *Geobacillus stearothermophilus*, *Paenibacillus campinasensis*, *Paenibacillus macerans*に限る。) の培養物より得られた、デンプン等からシクロデキストリンを生成する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 μ g/g以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B）

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、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法，大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品1.0 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン3.0 gを量り、少量の水に懸濁し、約70mLの沸騰水中に徐々に加え、5分間沸騰させる。冷後、この液にpH5.5の酢酸緩衝液（1mol/L）10mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液6 mLを量り、40°Cで10分間加温した後、試料液3 mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで加温しながら、試料液添加後3分後より12分後まで1分間隔でこの液0.3mLを量り、氷水中で冷却したヨウ素試液0.1mLを入れた試験管に入れる。これらの液10 μ Lをそれぞれスライドグラスにとり、23°Cにて乾燥し、40倍又は100倍の顕微鏡で観察するとき、いずれかのスライドグラスに針状結晶が生じることを確認する。

第2法

本品1.0 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.0 gを量り、水50mLを加え、加熱して完全に溶かした後、pH6.0のリン酸カリウム緩衝液（0.4mol/L）12.5mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.9mLを量り、40°Cで5分間加温した後、試料液0.1mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで10分間加温した後、水酸化ナトリウム試液（0.04mol/L）2.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.9mLに水酸化ナトリウム試液（0.04mol/L）2.5mLを加えた後、試料液0.1mLを加え、比較液とする。検液及び比較液にそれぞれフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液0.3mLを加え、直ちに波長550nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品1.0 gを量り、グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液（0.025mol/L，pH10.0，塩化ナトリウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.5 gを量り、水50mLを加え、加熱して完全に溶解する。この液にグリシン・

水酸化ナトリウム緩衝液 (0.25mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) 10mL 及び水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 0.45mL を量り、40°C で 5 分間加温した後、試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、塩酸試液 (0.05mol/L) 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、プロモクレゾールグリーン試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) 0.1mL を添加し、20 分間室温に放置する。この液に酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 2mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液 0.45mL 及び塩酸試液 (0.05mol/L) 0.5mL を混和した後、試料液 0.05mL を加え、プロモクレゾールグリーン試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) 0.1mL を加え、20 分間室温に放置する。この液に酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 2mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 630 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第4法

本品 1.0mL を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化カルシウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍に希釈したものを試料液とする。

バレイショデンプン 1.0 g を量り、水 20mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5 mL をかくはんしながら徐々に加えて糊状とする。かくはんしながら水浴中で 3 分間加熱した後、水 25mL を加え、冷後、酢酸試液 (1 mol/L) で pH5.5 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

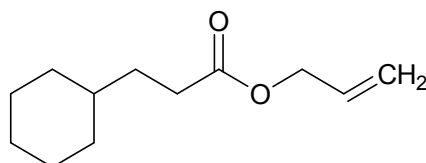
基質溶液 10mL を量り、40°C で 10 分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、この液 1 mL を量り、塩酸試液 (0.1 mol/L) 10mL に加えて直ちに振り混ぜる。この液 1 mL を量り、ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.4mmol/L) 10mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。

検液及び比較液につき、波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

シクロヘキシルプロピオン酸アリル

Allyl Cyclohexylpropionate



$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

Allyl 3-cyclohexylpropionate [2705-87-5]

含 量 本品は、シクロヘキシルプロピオン酸アリル (C₁₂H₂₀O₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.457\sim1.462$

比 重 $d_{25}^{25}=0.945\sim0.950$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20}=1.457\sim1.462$~~

~~(2) 比重 0.948～0.953~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.05.0 以下 (香料試験法)~~

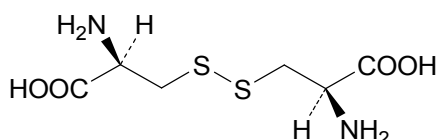
定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg C₁₂H₂₀O₂~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

L-シスチン

L-Cystine



C₆H₁₂N₂O₄S₂

分子量 240.30

(2R, 2R')-3, 3'-Disulfanylbis[2-amino-3-sulfanylpropanoic acid] [56-89-3]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-シスチン (C₆H₁₂N₂O₄S₂) 98.0～102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味はないかわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の飽和溶液 5 ml にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 ml を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 本品の ~~2mol/L 塩酸溶液~~ 塩酸試液 (2 mol/L) 溶液 (1→30) 3 ml に ~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末 ~~0.04g~~ 40mg を加え、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、必要があればろ過し、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 10 ml を加えて振り混ぜた後、~~ニトロプルシドナトリウム試液~~ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 を 1 滴加えるとき、赤紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -215 \sim -230^\circ$ (2 g, 塩酸試液 (1 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

pH 5.0～6.5

本品 20mg に水 50mL を加えて懸濁した液について測定する。

純度試験 (1) ~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -215 \sim -230^\circ$~~

~~本品約 2 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸を加えて溶かして正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 1 mol/L 塩酸 20 ml)~~

~~(3) 液性 pH 5.0～6.5 (飽和水溶液)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (~~0.07g~~70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~(5) 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) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3時間)

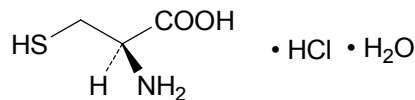
強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3g を精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により定量し, 更に乾燥物換算を行う。ただし, 分解促進剤として二酸化セレン 0.2g を加え, 4時間加熱して分解する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 12.02mg $C_6H_{12}N_2O_4S_2$

L-システイン塩酸塩

L-Cysteine Monohydrochloride



$C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$

分子量 ~~175.64~~175.63

(2R)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate [7048-04-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-システイン塩酸塩 ($C_3H_7NO_2S \cdot HCl = 157.62$) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にピリジン 0.5 mL 及びニンヒドリン溶液 (1→100) 1 mL を加え, 5分間加熱するとき, 液は, 紫~紫褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1,000) 10 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 mL 及び ニトロプルシドナトリウムペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 溶液 (1→20) 2滴を加えるとき, 液は, 紫赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) 10 mL に過酸化水素 1 mL を加え, 水浴中で 10分間加熱した液は, 塩化物(2)の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +5.0 \sim +8.0^\circ$ (4.0g, 塩酸試液 (6mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

純度試験 (1) ~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +5.0 \sim +8.0^\circ$ (4.0g, 塩酸 (1→10), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0g, 水 20mL)~~

~~(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)~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50g~~ を量り, 分解フラスコケルダールフラスコ に入れ, 硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加えて加熱し, 更に時々硝酸 2~3 mL ずつを追加し, 液が無~淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後, シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え, 白煙を発生するまで加熱濃縮して 2~3 mL とする。冷後, 水を加えて 10 mL とする。~~この液 5 mL を量りし,~~ 検液とする。装置 B を用いる。別に, ~~ただし, 標準色は, 次により調製する。~~ ヒ素標準液 ~~2.0mL~~3.0mL を量り, 分解フラスコ

コケルダールフラスコに入れ、硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加えて加熱し白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱濃縮して 2～3 mL とする。冷後、水を加えて 10 mL とし、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。調製する。

(5)(4) シスチン 本品 0.20 g を量り、N-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり量り N-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて 20 mL とし、30 分間放置し、検液とする。検液 5 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2:1:1) 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 15 cm の高さに上昇したとき展開をやめる。薄層板を 80°C で 30 分間乾燥した後、ニンヒドリンのメタノール/酢酸混液 (97:3) の溶液 (1→100) を噴霧し、80°C で 10 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 8.0～12.0% (0.7kPa 以下, 24 時間)

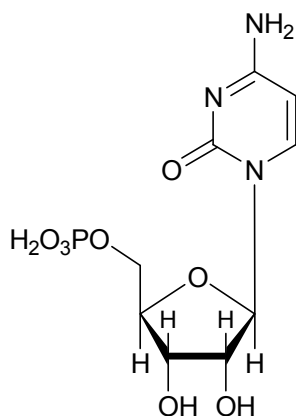
強熱残分 0.2% 以下

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 4 g を加えて溶かす。この液に塩酸 (1→4) 5 mL 及び 0.05 mol/L ヨウ素溶液 25 mL を正確に量って加え、氷水中で 20 分間暗所に放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/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 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。更に乾燥物換算を行う。

0.05 mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 15.76 mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

5'-シチジル酸

5'-Cytidylic Acid



$C_9H_{14}N_3O_8P$

分子量 323.20

Cytidine 5'-monophosphoric acid [63-37-6]

定義 本品は、酵母 (*Candida utilis* に限る。) の菌体より、食塩存在下、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は 5'-シチジル酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、5'-シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) 98.0～102.0% を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 ~~0.010g~~10mg を塩酸 (1→1,000) ~~1,000mL~~ に溶かした液は、波長 277～281nm に極大吸収部がある。

(2) 本品 0.25 g を水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~1 mL~~ に溶かし、水 ~~5 mL~~ を加えた液に、マグネシア試液 ~~2 mL~~ を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 ~~7 mL~~ を加え、10 分間煮沸した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~2 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて ~~20 mL~~ とし、検液とする。

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 8mL 及び水 30mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (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 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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

(4) 吸光度比 本品 ~~0.010g~~10mg を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.40～0.52, A_3/A_2 は 1.85～2.20 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~0.5 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて ~~20 mL~~ とし、検液とする。検液 ~~1 µL~~ を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6 : 5 : 2) 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、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。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 (蛍光剤入り) を 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 6.0%以下 (120°C, 4時間)

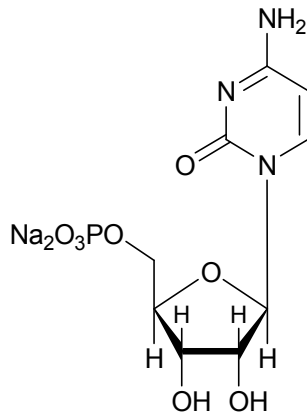
定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~1 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて正確に ~~200 mL~~ とする。この液 ~~2 mL~~ を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に ~~100 mL~~ とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$5\text{-シチジル酸}(C_9H_{14}N_3O_8P)\text{の含量}(\%) = \frac{0.2 \times 1.224 \times A}{\text{乾燥物換算した試料の採取量}(g)} \times 100(\%)$$

5'-シチジル酸二ナトリウム

Disodium 5'-Cytidylate

5'-シチジル酸ナトリウム



$C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$

分子量 367.16

Disodium cytidine 5'-monophosphate [6757-06-8]

含量 本品を無水物換算したものは、5'-シチジル酸二ナトリウム ($C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$) 97.0～102.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異な味がある。

- 確認試験** (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 mL に塩酸 1 mL 及び臭素試液 1 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱し、空気を吹きこんで臭素を除いた後、~~オルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ オルシノール・エタノール試液 0.2 mL を加え、更に ~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 mL を加え、水浴中で 20 分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL にマグネシア試液 2 mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に硝酸 7 mL を加えて 10 分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。
- (3) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 mL を加えて溶かした液は、波長 277～281nm に極大吸収部がある。
- (4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 8.0～9.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, 水 10 mL)

~~(2) 液性 pH8.0～9.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ (3) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(5)(4)~~ (4) 吸光度比 本品 ~~0.020g~~ 20mg を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして 1,000 mL とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm におけるそれぞれの吸光度 A_1 , A_2 及び A_3 を測定するとき、 A_1/A_2 は 0.40～0.52, A_3/A_2 は 1.85～2.20 である。

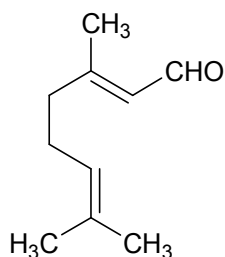
~~(6)(5)~~ (5) 他の核酸分解物 「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験 ~~(6)(5)~~ を準用する。

水分 26.0%以下 (0.15 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用試液を過量に加え、20 分間かき混ぜた後、滴定を行う。

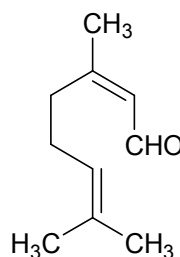
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、塩酸 (1 → 1,000) を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。
この液 10 mL を正確に量り、塩酸 (1 → 1,000) を加えて正確に 250 mL とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\frac{0.5 \times 1.446 \times A}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 = (\%)$$

シトラール
Citral



trans-異性体



cis-異性体

C₁₀H₁₆O

分子量 152.23

Mixture of (2E)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (trans-isomer)
and (2Z)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (cis-isomer) [5392-40-5]

含量 本品は、シトラール (C₁₀H₁₆O) 96.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、レモンようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.490$

比重 $d_{25}^{25} = 0.885 \sim 0.891$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.490$~~

(2) ~~比重 0.880 ~ 0.894~~

(3) ~~溶状 透明 (1.0ml, 60vol%エタノール10ml)~~

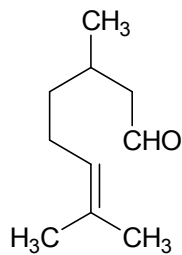
(4) ~~酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸 1ml = 76.12mg C₁₀H₁₆O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

シトロネラール
Citronellal



$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

3,7-Dimethyloct-6-enal [106-23-0]

含量 本品は、シトロネロール ($C_{10}H_{18}O$) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1ml に亜硫酸水素ナトリウム試液 2ml 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 2 滴を加えて振り混ぜるとき、発熱して白色の結晶塊となる。これに亜硫酸水素ナトリウム試液 10ml を追加して水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、結晶塊は溶ける。~~ 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.446\sim1.452$

比重 $d_{25}^{25}=0.850\sim0.860$

純度試験 ~~(1) 屈折率 $n_D^{20}=1.446\sim1.452$~~

~~(2) 比重 $0.852\sim0.859$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 3.0 以下 (香料試験法)~~

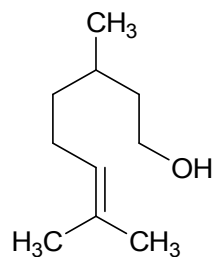
定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は、15 分間とする。~~

~~0.5mol/L 塩酸 1ml = 77.12mg $C_{10}H_{18}O$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

シトロネロール

Citronellol



$C_{10}H_{20}O$

分子量 156.27

3,7-Dimethyloct-6-en-1-ol [106-22-9]

含量 本品は、シトロネロール ($C_{10}H_{20}O$) ~~94.0~~90.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

~~確認試験 本品 1ml に無水酢酸 1ml 及びリン酸 1 滴を加え、10 分間微温に保った後、水 1ml を加え、温湯中で 5 分間振り混ぜる。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1⇒8) を加えて微アルカリ性とするとき、酢酸シトロネリルのおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.453\sim 1.462$

比重 $d_{25}^{25}=0.850\sim 0.860$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.453\sim 1.462$~~

~~(2) 比重 0.853~0.863~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~(5) エステル価 4.0 以下 (5 g, 香料試験法)~~

~~(6) アルデヒド類 本品約 5 g を正確に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量するとき、0.5mol/L 塩酸の消費量は、0.7ml 以下である。~~

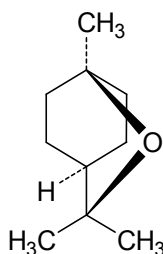
~~定量法 香料試験法中のアルコール類含量の第 1 法により定量する。ただし、アセチル化油約 1g を用いる。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

1, 8 - シネオール

1,8-Cineole

ユーカリプトール



$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

1,3,3-Trimethyl-2-oxabicyclo[2.2.2]octane [470-82-6]

含 量 本品は、1, 8 - シネオール ($C_{10}H_{18}O$) 85.098.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、ユーカリの葉ようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.454\sim 1.460$

比重 $d_{25}^{25}=0.921\sim 0.924$

~~純度試験 (1) 屈折率 $n_D^{20}=1.454\sim 1.462$~~

~~(2) 旋光度 $[\alpha]_D^{20}=-3.0\sim +10.0^\circ$~~

~~(3) 比重 0.915~0.929~~

~~(4) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 6.0ml)~~

~~(5) フェランドレン 本品 2.5ml を量り、石油ベンジン 5ml を加えて溶かす。この液に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 10ml を加え、徐々に酢酸 5ml を加えるとき、10 分以内に結晶を析出しない。~~

~~(6) レゾルシン 本品 1.0ml を量り、水 5ml を加えホウ酸ナトリウム溶液 (1→500) 4ml 及び 2,6-ジクロロキノントクロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液の色は青～青紫色を呈さない。~~

定量法 ~~本品 3.0 g を正確に量り、直径約 15mm、長さ約 8～16cm の試験管 (A) に入れ、加温して溶かしたオルトクレゾール 2.1 g を加え、温度計 (B) を水銀球が液の中心よりやや下にくるようにコルク栓 (E) で固定する。温度計で液を静かにかき混ぜ、結晶が析出し始める温度を読む。(A) を加熱して結晶を完全に融解させた後、コルク栓 (C) を付けた広口瓶 (D) に入れ、温度を徐々に低下させる。再び結晶が析出し始めるか、又は最初に記録した温度に達したとき、激しく温度計を上下して管壁を摩擦すると、温度は、やや上り、しばらくの間一定温度を示す。このとき温度計の示す温度を読み取る。同様の操作を繰り返して得られた温度のうちの最高温度から次の表により、1,8-シネオール~~の含量を算出する。

~~1,8-シネオール %~~

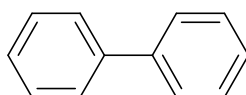
温度	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
47	80.0	80.2	80.4	80.6	80.8	81.1	81.3	81.5	81.7	81.9
48	82.1	82.3	82.5	82.7	82.9	83.2	83.4	83.6	83.8	84.0
49	84.2	84.4	84.6	84.8	85.0	85.3	85.5	85.7	85.9	86.0
50	86.3	86.6	86.8	87.1	87.3	87.6	87.8	88.1	88.3	88.6
51	88.8	89.1	89.3	89.6	89.8	90.1	90.3	90.6	90.8	91.1
52	91.3	91.6	91.8	92.1	92.3	92.6	92.8	93.1	93.3	93.6
53	93.8	94.1	94.3	94.6	94.8	95.1	95.3	95.6	95.8	96.1
54	96.3	96.6	96.9	97.2	97.5	97.8	98.1	98.4	98.7	99.0
55	99.3	99.7	100.0	—	—	—	—	—	—	—

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

ジフェニル

Diphenyl

ビフェニル



C₁₂H₁₀

分子量 154.21

Biphenyl [92-52-4]

含 量 本品は、ジフェニル (C₁₂H₁₀) 98.0～102.0%を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶、結晶性の粉末又は結晶塊で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の酢酸エチル溶液 (1→100) 2滴に酢酸 0.5 mL 及び硝酸 1 mL を加え、70°C で30分間加熱した後、冷却し、水 5 mL 及び酢酸エチル 10 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸エチル層 5 mL をとり、酢酸エチルを留去する。残留物にエタノール (95) 1 mL を加えて溶かし、塩酸 (1→2) 2 mL 及び**亜鉛末亜鉛粉末** 0.2 g を加え、水浴中で10分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液に水 50 mL を加えた後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→100) 1 mL を加えて振り混ぜ、10分間放置した後、~~スルファミン酸アンモニウム~~ **アミド硫酸アンモニウム** 溶液 (1→40) 1 mL を加え、5分間放置する。次に N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 1 g を塩酸 (1→4) 100 mL に溶かした液 2 mL を加え、よく振り混ぜて20分間放置するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の酢酸エチル溶液 (1→100) 1 mL に ~~ホルマリン~~ **ホルムアルデヒド液**・硫酸試液 1 mL を層積するとき、下層は、青～緑青色を呈する。

純度試験 (1) ~~融~~ 点 69～71°C

~~(2) 重金属 Pbとして 20µg/g以下~~

~~本品の粉末 1.0 g を量り、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸 1 mL を加えて潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化する。放冷後、更に硫酸 1 mL を加え、徐々に加熱して白煙がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで 450～550°C に強熱する。冷後、残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 0.2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水 15 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

純度試験 (1) 鉛 Pbとして 2 µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ナフタレン及びその誘導体 本品 2.5 g を量り、クロロホルム 50 mL を加えて溶かし、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液 (1→50) 2.0 mL を加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、検液とする。別にナフタレン・クロロホルム溶液 (1→1,000) 5 mL を量り、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液 (1→50) 2.0 mL を加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のナフタレンのピーク面積及びサリチル酸メチルのピーク位置とジフェニルのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和 (A) とサリチル酸メチルのピーク面積 (A_S) の比 A/A_S は、比較液のナフタレンのピーク面積 (A^ˆ) とサリチル酸メチルのピーク面積 (A^ˆ_S) の比 A^ˆ/A^ˆ_S を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん ~~ん~~ 填剤

液相 担体に対して 10% のポリエチレングリコール 6,000

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 2～3 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 160～180°C の間の一定温度

キャリアーガス 窒素

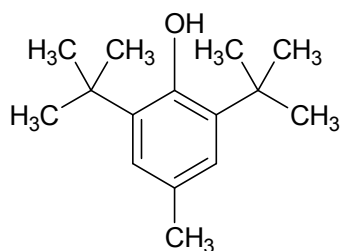
流量 サリチル酸メチルのピークが約 5 分後に現れるように調整する。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし正確に ~~1,000 mL~~ とし、この液 ~~10 mL~~ を正確に量り、メタノールを加えて正確に ~~200 mL~~ とする。この液につき、メタノールを対照として波長 248nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ジフェニル (C}_{12}\text{H}_{10}) \text{ の含量 } (\%) = \frac{A}{1118} \times \frac{20 \times 10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

ジブチルヒドロキシトルエン

Butylated Hydroxytoluene



C₁₅H₂₄O

分子量 220.35

2,6-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol [128-37-0]

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 mg に 5-ニトロソ-8-ヒドロキシキノリン・硫酸溶液 (1→100) 1～2 滴を加えるとき、溶けながら黄色を呈し、次に赤褐色に変わる。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→30) 1 mL に ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→500) 3～4 滴を加えるとき、呈色しない。この液に ~~α, α'-ジピリジル~~ 2, 2'-ビピリジルの結晶 を加えるとき、液は、赤色を呈する。ただし、~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物溶液 は、空試験で呈色しないものを用いる。

融点 69～72°C

純度試験 ~~(1) 融点 69～72°C~~

~~(2)(1)~~ 溶状 無色、澄明 (1.0 g, エタノール (95) 10 mL)

~~(3)(2)~~ 硫酸塩 SO₄ として 0.019% 以下

本品 0.50 g を量り、水 30 mL を加え、ときどき時々 振り混ぜながら水浴中で 5 分間加熱し、冷後ろ過し、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As₂O₃ として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(6)(5)~~ パラクレゾール ~~パラクレゾール~~ p-クレゾール として 0.10% 以下

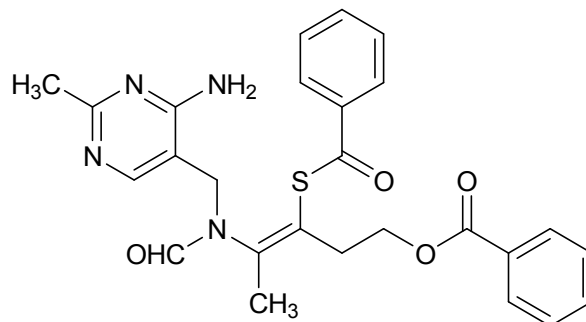
本品 1.0 g を量り、水 10 mL 及びアンモニア水 (28) 1 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 3 分間加熱し、冷後ろ過する。ろ紙上の残留物は、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、試料液とする。試料液 3.0 mL を量り、ネスラー管に入れ、リンモリ

ブデン酸 n水和物・エタノール (95) 溶液 (1→20) 1 ml 及びアンモニア試液 0.2 ml を加えて振り混ぜ、更に水を加えて 50 ml として 10 分間放置するとき、その液の色は、~~パラクレゾール~~ ~~p~~-~~クレゾール~~ 溶液 (1→100,000) 3.0 ml を量り、試料液と同様に操作して得た液の色より濃くない。

強熱残分 0.05%以下

ジベンゾイルチアミン

Dibenzoyl Thiamine



$C_{26}H_{26}N_4O_4S$

分子量 ~~490.58~~490.57

4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate [299-88-7]

含 量 本品を乾燥したものは、ジベンゾイルチアミン ($C_{26}H_{26}N_4O_4S$) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品 ~~0.03g~~30mg に塩酸 (1→100) 7 ml を加え、水浴中で加熱して溶かす。この液に ~~塩酸ヒドロキシルチアミン~~ ~~塩化ヒドロキシルアンモニウム~~ 溶液 (3→20) / 水酸化ナトリウム溶液 (3→20) 混液 (1:1) 2 ml を加え、1分間振り混ぜた後、塩酸 0.8 ml 及び ~~塩化鉄(III)~~ ~~塩化鉄(III) 六水和物~~ 溶液 (1→10) 0.5 ml を加えるとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg にメタノール 1 ml を加え、加温して溶かし、水 2 ml、~~塩酸システイン~~ ~~L~~-~~システイン~~ ~~塩酸塩~~ ~~一水和物~~ 溶液 (1→100) 2 ml 及びリン酸緩衝液 (pH 7) 2 ml を加えて振り混ぜ、30分間放置する。この液に新たに調製した ~~フェリシアン化カリウム~~ ~~ヘキサシアノ鉄(III)~~ ~~酸カリウム~~ 溶液 (1→10) 1 ml、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 5 ml 及び 2-メチル-1-プロパノール 5 ml を加え、2分間強く振り混ぜ、放置して液を2層に分離させ、上方から紫外線を照射し、照射の方向と直角の方向から上層液の上部を観察するとき、青紫色の蛍光を認める。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性にすると再び現われる。

融 点 163~174°C (分解)

純度試験 (1) ~~融点 163~174°C (分解)~~

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.053%以下

本品 0.40 g を量り、メタノール 20 ml を加えて溶かし、硝酸 (1→10) 6 ml 及び水を加えて 50 ml とし、これを検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.60 ml にメタノール 20 ml、硝酸 (1→10) 6 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

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

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

乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.20%以下

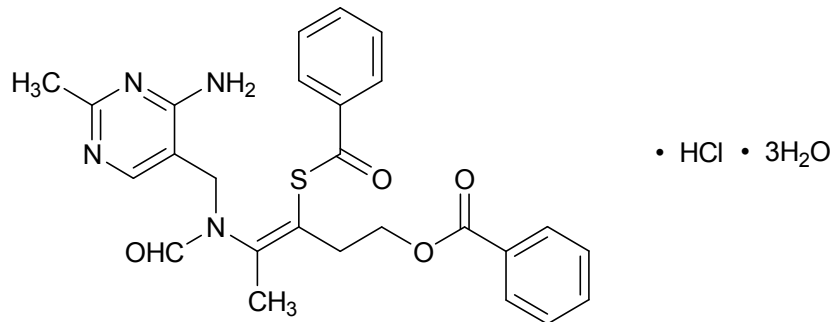
定量法 本品を乾燥し, その約0.4 gを精密に量り, メタノール40~~mL~~及び塩酸(1→100)40~~mL~~を加えて溶かし, 水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。この液5~~mL~~を正確に量り, 塩酸(1→100)を加えて正確に250~~mL~~とし, 検液とする。検液につき, 水を対照として波長237nmにおける吸光度Aを測定する。別に空試験を行い, その吸光度をA₀とし, 次式により含量を求める。

ジベンゾイルチアミン (C₂₆H₂₆N₄O₄S) の含量 (%)

$$= \frac{(A - A_0) \times 0.4}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.452} \times 100 \text{ (％)}$$

ジベンゾイルチアミン塩酸塩

Dibenzoyl Thiamine Hydrochloride



C₂₆H₂₆N₄O₄S · HCl · 3H₂O

分子量 581.08

4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate monohydrochloride trihydrate [35660-60-7]

含量 本品を乾燥したものは, ジベンゾイルチアミン塩酸塩 (C₂₆H₂₆N₄O₄S · HCl = ~~527.04~~527.03) 97.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の結晶性の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 「ジベンゾイルチアミン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品0.1 gにメタノール10~~mL~~を加えて溶かし, 硝酸(1→10)1~~mL~~を加えた後, 硝酸銀溶液(1→50)1~~mL~~を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品1.0 gを量り, 水10~~mL~~を加え, 水浴中で加熱して溶かし, 検液とする。

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

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

乾燥減量 11.0%以下 (減圧, 24時間)

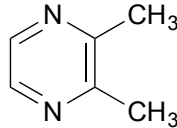
強熱残分 0.20%以下

定量法 本品を乾燥し, その約0.4 gを精密に量り, 以下「ジベンゾイルチアミン」の定量法を準用し, 次式により含量を求める。

$$\frac{\text{ジベンゾイルチアミン塩酸塩 (C}_{26}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{ の含量 (\%)} \times 0.4}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.421} \times 100 \text{ (\%)} =$$

2,3-ジメチルピラジン

2,3-Dimethylpyrazine



C₆H₈N₂

分子量 108.14

2,3-Dimethylpyrazine [5910-89-4]

含 量 本品は、2,3-ジメチルピラジンを主成分とし、2,3-ジメチルピラジン、2,5-ジメチルピラジン及び2,6-ジメチルピラジンの混合物 (C₆H₈N₂) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

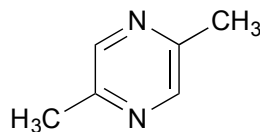
~~純度試験~~ ~~(1)~~ 屈折率 $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.510$

~~(2)~~ 比重 $d_{25}^{25} = 0.997 \sim 1.030$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2,5-ジメチルピラジン

2,5-Dimethylpyrazine



C₆H₈N₂

分子量 108.14

2,5-Dimethylpyrazine [123-32-0]

含 量 本品は、2,5-ジメチルピラジンを主成分とし、2,5-ジメチルピラジン、2,3-ジメチルピラジン及び2,6-ジメチルピラジンの混合物 (C₆H₈N₂) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

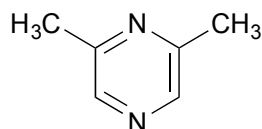
~~純度試験~~ ~~(1)~~ 屈折率 $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.503$

~~(2)~~ 比重 $d_{25}^{25} = 0.982 \sim 1.000$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2,6-ジメチルピラジン

2,6-Dimethylpyrazine



$C_6H_8N_2$

分子量 108.14

2,6-Dimethylpyrazine [108-50-9]

含量 本品は、2,6-ジメチルピラジンを主成分とし、2,6-ジメチルピラジン、2,3-ジメチルピラジン及び2,5-ジメチルピラジンの混合物 ($C_6H_8N_2$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白～黄色の結晶で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を加温して溶かした後、あらかじめ加温した2枚の窓板の間に挟み、直ちに赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により固化しないように注意しながら測定し、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。

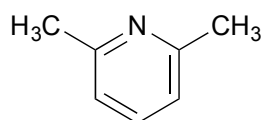
~~純度試験 (1) 融点~~ 35~40°C

~~定量法~~ 本品約0.2gを精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に20mlとし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

本品のエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2,6-ジメチルピリジン

2,6-Dimethylpyridine



C_7H_9N

分子量 107.15

2,6-Dimethylpyridine [108-48-5]

含量 本品は、2,6-ジメチルピリジン (C_7H_9N) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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) 屈折率~~ $n_D^{20}=1.495\sim1.501$

~~(2) 比重~~ $d_{25}^{25}=0.917\sim0.923$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

シュウ酸
Oxalic Acid
HOOC—COOH · 2H₂O

C₂H₂O₄ · 2H₂O

分子量 126.07

Ethanedioic acid dihydrate [6153-56-6]

含量 本品は、シュウ酸 (C₂H₂O₄ · 2H₂O) 99.5~101.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶で、においが無い。

確認試験 (1) 本品は、加熱するとき、昇華する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 1 mL に硫酸 2 滴を加え、これに過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mL を加えて加熱するとき、液の紅赤色は消える。

(3) 本品の水溶液 (1→10) をアンモニア試液でアルカリ性とし、塩化カルシウム二水和物溶液 (3→40) 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、煮沸して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO₄ として 0.077% 以下

本品 1.0 g を量り、水 20 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱し、更に 600~700°C に強熱する。この残留物に水 10 mL 及び硝酸 0.5 mL を加えて煮沸し、更に塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。次にこの残留物に水を加えて 100 mL とし、ろ過し、ろ液 25 mL を量り、試料液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸 1 mL 及び硝酸 0.2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水 30 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、必要があればろ過し、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 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, フレーム方式)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下 (1.0 g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、硫酸 3 mL を加え、約 80°C に加温し、熱時 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 6.303 mg C₂H₂O₄ · 2H₂O

臭素酸カリウム
Potassium Bromate

KBrO₃

分子量 167.00

Potassium bromate [7758-01-2]

含量 本品を乾燥したものは、臭素酸カリウム (KBrO_3) 99.0~~~101.0~~%以上を含む。

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 本品は、カリウム塩の反応及び臭素酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 5.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 60~~mL~~mLを加えて加温しながら溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1.2~~mL~~mLを加えるとき、紅赤色を呈する。

(ii) 液が紅赤色ならば、0.01mol/L 塩酸 0.40~~mL~~mLを加えるとき、その色は消える。

(2) 臭化物 本品 2.0 g を量り、水 40~~mL~~mLを加えて溶かし、硫酸 (3→100) 0.25~~mL~~mLを加え、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。更に振り混ぜるとき、液の色は直ちに消えない。

~~(3) 重金属 Pbとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水 10mL を加えて加温しながら溶かし、塩酸 10mL を加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 20mL を加えて溶かし、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 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pbとして4 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする

(4) ヒ素 As_2O_3 として4.0~~3~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に水 5 ~~mL~~mLを加えて加温しながら溶かし、塩酸 5 ~~mL~~mLを加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 5 ~~mL~~mLを加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 2時間)

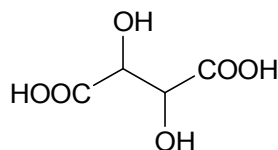
定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、200~~mL~~mLの共栓フラスコに入れ、水 50~~mL~~mL、ヨウ化カリウム 1.5 g 及び硫酸 (1→5) 10~~mL~~mLを加え、直ちに密栓し、暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 2.783mg KBrO_3

DL-酒石酸

DL-Tartaric Acid

d l-酒石酸



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

分子量 150.09

2,3-Dihydroxybutanedioic acid [133-37-9]

含 量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸 (C₄H₆O₆) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、旋光性がない。

(2) 本品の水溶液 (1→10) は、酸性である。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

融 点 200~206℃ (分解)

純度試験 ~~(1) 融点 200~206℃ (分解)~~

~~(2)(1) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸1mL及び硝酸0.2mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4) 1mL及び水30mLを加えて溶かし、必要があればろ過する。この液にフェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、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2.0mLを量り、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとする。~~

~~(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(4)(3) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(5)(4) 易酸化物 本品1.0 gを量り、水25mL及び硫酸(1→20) 25mLを加えて溶かす。この液を20℃に保ちながら0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。~~

乾燥減量 0.50%以下 (3時間)

強熱残分 0.10%以下 (2.0 g)

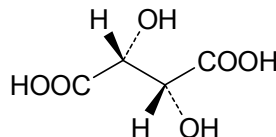
定量法 本品を乾燥し、その約1.5 gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に250mLとし、この液25mLを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=7.504mg C₄H₆O₆

L-酒石酸

L-Tartaric Acid

d-酒石酸



C₄H₆O₆

分子量 150.09

(2R,3R)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid [87-69-4]

含 量 本品を乾燥したものは、酒石酸L-酒石酸 (C₄H₆O₆) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の微細な結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→10)は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸」の確認試験(2)及び(3)を準用する。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~ $[\alpha]_D^{20} = +11.5 \sim +13.5^\circ$ (乾燥後, 10 g, 水, 50mL)

~~本品を乾燥し、その約10 gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に50mLとし、測定する。~~

~~純度試験 (1) (2) 硫酸塩~~ SO_4 として0.048%以下(0.50 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50mL)

~~「DL-酒石酸」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして10 μg /g以下~~

~~「DL-酒石酸」の純度試験(3)を準用する。~~

(2) 鉛 Pbとして2 μg /g以下(2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4)(3) ヒ素 As_2O_3 として4.03 μg /g以下(0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5)(4) シュウ酸塩 本品1.0 gを量り、水10~~mL~~mLを加えて溶かし、~~塩化カルシウム~~塩化カルシウム
ムニ水和物溶液(2→25) 2~~mL~~mLを加えるとき、濁らない。

乾燥減量 0.50%以下(3時間)

強熱残分 0.10%以下(2.0 g)

定量法 「DL-酒石酸」の定量法を準用する。

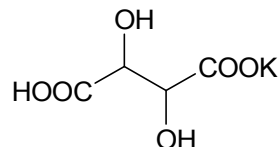
0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1~~mL~~mL = 7.504mg $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

DL-酒石酸水素カリウム

Potassium DL-Bitartrate

dL-酒石酸水素カリウム

DL-重酒石酸カリウム



$\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$

分子量 188.18

Monopotassium monohydrogen 2,3-dihydroxybutanedioate

含量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸水素カリウム($\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$) 99.0~~~101.0~~101.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品1 gにアンモニア試液10~~mL~~mLを加えて溶かした液は、旋光性がない。

(2) 本品0.5 gを徐々に加熱すると、ショ糖を焼くようなにおいを発して炭化する。この残留物に水5~~mL~~mLを加えてよくかき混ぜた液は、アルカリ性である。この液に塩酸(1→4)を加えて中和した後、ろ過した液は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明(0.50 g, アンモニア試液 3.0~~mL~~mL)

(2) 硫酸塩 SO_4 として0.019%以下

本品0.50 gを量り、塩酸(1→4) 2~~mL~~mL及び水30~~mL~~mLを加え、加熱して溶かし、更に水を

加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005mol/L硫酸0.20mLに塩酸(1→4)2mL及び水を加えて50mLとする。

(3) アンモニウム塩 本品0.50gを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mLを加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

~~(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)~~

(4) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に水10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 易酸化物 本品2.0gを量り、水20mL及び硫酸(1→20)30mLを加えて溶かし、これを20°Cに保ち、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。

乾燥減量 0.50%以下(105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、熱湯20mLを加えて溶かし、熱時、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。

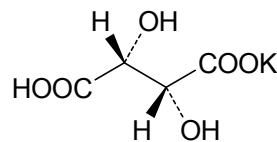
0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=18.82mg C₄H₅KO₆

L-酒石酸水素カリウム

Potassium L-Bitartrate

d-酒石酸水素カリウム

L-重酒石酸カリウム



C₄H₅KO₆

分子量 188.18

Monopotassium monohydrogen(2R,3R)-2,3-dihydroxybutanedioate [868-14-4]

含量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸水素カリウム(C₄H₅KO₆)99.0~101.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品1gにアンモニア試液10mLを加えて溶かした液は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸水素カリウム」の確認試験(2)及び(3)を準用する。

~~純度試験(1)比旋光度~~ $[\alpha]_D^{20} = +32.5 \sim +35.5^\circ$

本品を乾燥し、その約5gを精密に量り、アンモニア試液10mL及び水を加えて溶かし、正確に50mLとし、旋光度を測定する。

純度試験 (1)-(2) 溶状 無色、ほとんど澄明(0.50g, アンモニア試液3.0mL)

~~「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(3)(2) 硫酸塩 SO₄として0.019%以下

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(2)を準用する。

~~(4)(3)~~ アンモニウム塩 「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(3)を準用する。

~~(5) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下~~

~~「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

(4) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(5) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 3時間)

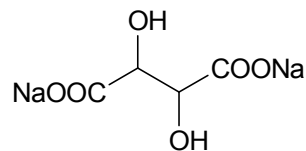
定量法 「DL-酒石酸水素カリウム」の定量法を準用する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.82mg C₄H₅KO₆

DL-酒石酸ナトリウム

Disodium DL-Tartrate

d l-酒石酸ナトリウム



C₄H₄Na₂O₆

分子量 194.05

Disodium 2,3-dihydroxybutanedioate

含量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸ナトリウム (C₄H₄Na₂O₆) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、旋光性がない。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

pH 7.0~9.0 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 液性 pH7.0~9.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3)(2) 硫酸塩 SO₄として0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.40 mL)~~

~~(4) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(5)(4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(6)(5) 易酸化物 本品 2.0 g を量り, 水 20 mL 及び硫酸 (1→20) 30 mL を加えて溶かし, 20°C に保ちながら 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 4.0 mL を加えるとき, 液の紅赤色は3分以内に消えない。~~

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 4時間)

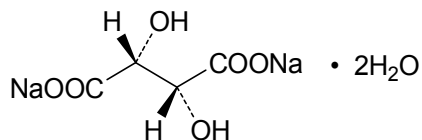
定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, ギ酸 3 mL を加え, 加温して溶かし, 非水滴定用酢酸 50 mL を加えた後, 0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 9.703mg C₄H₄Na₂O₆

L-酒石酸ナトリウム

Disodium L-Tartrate

d-酒石酸ナトリウム



C₄H₄Na₂O₆ · 2H₂O

分子量 230.08

Disodium(2R,3R)-2,3-dihydroxybutanedioate dihydrate [6106-24-7]

含量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸ナトリウム (C₄H₄Na₂O₆ = 194.05) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、右旋性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.5^\circ$ (5 g, 水, 50mL)

pH 7.0~9.0

「DL-酒石酸ナトリウム」の pH を準用する。

純度試験 (1) ~~比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.5^\circ$ (5 g, 水, 50mL)~~

(2) (1) **溶状** ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(3) ~~液性~~ pH 7.0~9.0

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

(4) (2) **硫酸塩** SO₄として 0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40mL)

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

~~(5) **重金属** Pbとして 10µg/g以下~~

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) **鉛** Pbとして 2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (4) **ヒ素** As₂O₃として 4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) 「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。~~

(7) (5) **シュウ酸塩** 本品 1.0 g を量り, 水 10 mL を加えて溶かし, **塩化カルシウム** 塩化カルシウム二水和物溶液 (2→25) 2 mL を加えるとき, 濁らない。

乾燥減量 14.0~17.0% (150°C, 3時間)

定量法 「DL-酒石酸ナトリウム」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 9.703mg C₄H₄Na₂O₆

硝酸カリウム

Potassium Nitrate

KNO₃

分子量 101.10

Potassium nitrate [7757-79-1]

含量 本品を乾燥したものは、硝酸カリウム (KNO₃) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、塩味及び清涼味がある。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に水 3 mL を加えて溶かし、硫酸 2 mL を加え、白煙の発生するまで加熱し、更に少量の水を加えて溶かした後、白煙の発生するまで加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、500 mL の丸底フラスコに入れ、水約 300 mL を加えて溶かし、デバルダ合金の粉末 3 g 及び水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 15 mL を加え、直ちに、あらかじめシブキ止めと冷却器を付けて 0.05mol/L 硫酸 50 mL を正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に連結し、2時間放置する。その後、留分約 250 mL を得るまで蒸留し、過量の 酸硫酸 を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド・メチレンブルー混合試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 10.11mg KNO₃

硝酸ナトリウム

Sodium Nitrate

NaN₃ 分子量 84.99

Sodium nitrate [7631-99-4]

含量 本品を乾燥したものは、硝酸ナトリウム (NaN₃) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~「硝酸カリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(2) 塩化物 Cl として 0.21%以下 (0.10 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~「硝酸カリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

「硝酸カリウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.03 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品に水 3 mL を加えて溶かし, 硫酸 2 mL を加え, 白煙の発生するまで加熱し, 更に少量の水を加えて溶かした後, 白煙の発生するまで加熱する。冷後, 水 5 mL を加えて溶かし, 検液とする。—「硝酸カリウム」の純度試験(4)を準用する。

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 4時間)

定量法 「硝酸カリウム」の定量法を準用する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 8.499mg $NaNO_3$

植物性ステロール (新規)

Vegetable Sterol

フィトステロール

定義 本品は, 油糧種子から得られた, フィトステロール類を主成分とするものである。本品には, 遊離体高濃度品と遊離体低濃度品がある。

遊離体高濃度品

含量 本品は, 遊離フィトステロール 85.0%以上を含む。

性状 本品は, 白~帯黄白色の結晶, 粉末, 薄片又は粒で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品 5 mg をヘキサン 2 mL に溶かし, 無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき, 下層は直ちに赤紫色を呈し, 青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0以下

本品約 2.5 g を精密に量り, エタノール (99.5) / トルエン混液 (1 : 1) 50 mL を加え, 加温して溶かして検液とし, 直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 溶状 微濁 本品 0.50 g を共栓フラスコに量り, エタノール (99.5) 50 mL を加えて水浴中で 15 分間加熱した後, 20~40°C で 2 時間放置し, 検液とする。

(3) 鉛 Pbとして $1 \mu\text{g/g}$ 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

(5) 1-プロパノール, ヘキサン及びメタノールの合計量 $50 \mu\text{g/g}$ 以下

(i) 装置 概略は次の図による。

A : ナス型フラスコ (100 mL)

B : すり合わせ連結部

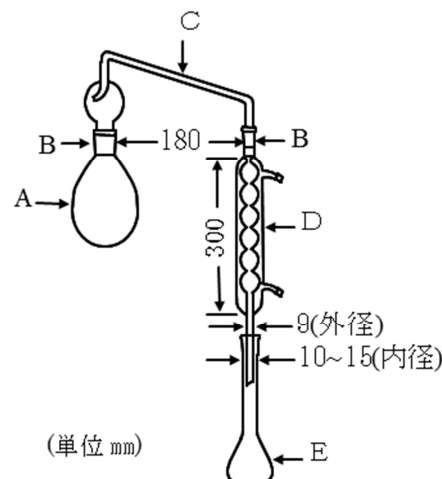
C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : 広口メスフラスコ (25 mL)

(ii) 操作法

本品約 10 g をナス型フラスコ A に精密に量り,



1-ブタノール10mLを入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液2mLを正確に量り、広口メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を1-ブタノールでぬらす。Aを180℃に加熱し約1時間かけて、留分が約9mLになるまで蒸留する。留分を集めた広口メスフラスコEに1-ブタノールを加えて25mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、2-ブタノール・1-ブタノール溶液(3→10000)とする。別に1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール約0.5gを精密に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液10mL及び内標準液2mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて25mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2μL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。検液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 、 Q_{T3} 、及び標準液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積比 Q_{S1} 、 Q_{S2} 、 Q_{S3} を求め、次式により1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの量を求める。

$$1\text{-プロパノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{1\text{-プロパノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 1000$$

$$\text{ヘキサンの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{ヘキサンの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 1000$$

$$\text{メタノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 1000$$

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25%フェニル75%メチルポリシロキサンを1.40μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で注入し、3分間保持した後、毎分5℃で110℃まで昇温し、更に毎分15℃で200℃まで昇温し、200℃を4分間保持する。

注入口温度 150℃付近の一定温度

検出器温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-ブタノールの保持時間が約12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 本品約 80mg 及び定量用スチグマステロール約 25mg を精密に量り、それぞれに内標準液 20mL を正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて 50mL とし、検液及び標準液とする。ただし、内標準液は、5 α -コレスタン 50mg を量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に 50mL としたものとす。また、ブラシカステロール、カンペステロール、定量用スチグマステロール、 β -シトステロール及びシトスタノールを酢酸エチルにそれぞれ約 0.1mg/mL となるように溶かし、フィトステロール混合液とする。検液、標準液及びフィトステロール混合液をそれぞれ 2 μ L ずつ正確に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液中の 6 種のフィトステロール (ブラシカステロール、カンペステロール、カンペスタノール、スチグマステロール、 β -シトステロール及びシトスタノール) の総ピーク面積の 5 α -コレスタンのピーク面積に対する比 Q_T 及び標準液のスチグマステロールのピーク面積の 5 α -コレスタンのピーク面積に対する比 Q_S を求め、次式により含量を求める。ただし、検液中の各フィトステロールは、フィトステロール混合液中の各フィトステロールの保持時間と一致することにより確認する。また、スチグマステロールの保持時間に対する相対保持時間が約 0.96 のピークをカンペスタノールとする。

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \times Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \times Q_S} \times 100$$

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のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25 μ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 280°C

注入口温度 290°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 スチグマステロールの保持時間が約12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 50

遊離体低濃度品

含量 本品は、遊離フィトステロール 85.0%未満を含み、総フィトステロール類として 85.0% ~102.0%を含む。

性状 本品は、白~黄色の結晶、粉末、薄片、粒、ろう状の塊又はペーストで、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品 5mg をヘキサン 2mL に溶かし、無水酢酸 1mL 及び硫酸 1~2 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0以下

本品約2.5gを精密に量り、エタノール (99.5) /トルエン混液 (1 : 1) 50mLを加え、加温

して溶かして検液とし、直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

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

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

(4) 1-プロパノール, ヘキサン及びメタノールの合計量 50 μ g/g以下

「遊離体高濃度品」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 (1) 遊離フィトステロール

本品約70mgを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えて溶かし、ヘキサンを加えて正確に25mLとし、試料液とする。シリカゲルミニカラム (500mg) にヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 2mL, 続いてヘキサン6mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、続いてヘキサン/酢酸エチル混液 (95 : 5) 6mLを注入し、流出液は捨てる。次に、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 10mLを注入し、流出液をナス型フラスコにとる。ミニカラムの流出口外側に析出が見られた場合は、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) で洗い、洗液を先のフラスコに加える。溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 10mLを加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて50mLとし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール50mgを量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に50mLとしたものとする。検液及び標準液につき、遊離体高濃度品の定量法を準用して6種のフィトステロールを測定し、次式により遊離フィトステロールの含量を算出する。ただし、検液中の6種のフィトステロール (ブラシカステロール, カンペステロール, カンペスタノール, スチグマステロール, β -シトステロール及びシトスタノール) の総ピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を Q_T とし、標準液のスチグマステロールのピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を Q_S とする。

定量用スチグマステロールの採取量 (mg) Q_T

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{遊離フィトステロールの採取量 (mg)} \times 2}{\text{試料の採取量 (mg)} \times Q_S} \times 100$$

(2) 総フィトステロール類

本品約150mgをナス型フラスコに精密に量り、エタノール (99.5) 70mL, 水酸化カリウム溶液 (9→10) 10mL及び数個の沸騰石を加える。還流冷却器を付け、沸騰水浴中で60分間加熱して加水分解する。終了後、速やかに冷却し、内標準液20mLを正確に加え、分液漏斗Aに移す。フラスコは水25mLずつで2回、更にジエチルエーテル35mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗Aに移し、激しく振り混ぜた後静置する。水層を分液漏斗Bに移し、ジエチルエーテル50mLを加え、激しく振り混ぜた後静置する。水層を先のナス型フラスコに移し、ジエチルエーテル層を分液漏斗Aに合わせる。ナス型フラスコの水層を分液漏斗Bに移し、ナス型フラスコは水10mL, ジエチルエーテル25mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗Bに入れて激しく振り混ぜた後静置する。分液漏斗Bの水層を除去し、ジエチルエーテル層を分液漏斗Aに合わせる。分液漏斗Bは水25mLずつで2回洗い、分液漏斗Aに入れる。分液漏斗Aを2~3回静かに倒立した後静置し、水層を除く。水50mLずつで、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで分液漏斗Aのジエチルエーテル層を水洗いする。ジエチルエーテル層を300mLナス型フラスコに移し、分液漏斗Aはジエチルエーテル10mLずつで2回洗い、洗液をナス型フラスコに合わせる。ナス型フラスコの溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 50mLを加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて

50mLとし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール50mgを量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に50mLとしたものとする。検液及び標準液につき、定量法(1)を準用して6種のフィトステロールの含量を測定し、その値を加水分解物中のフィトステロールの含量とする。更に次式により総フィトステロール類の含量を算出する。

加水分解物中のフィトステロールの含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \quad Q_S} \times 100$$

総フィトステロール類の含量 (%)

= 遊離フィトステロールの含量

+ { (加水分解物中のフィトステロールの含量 - 遊離フィトステロールの含量) × 1.64 }

植物タンニン

Vegetable Tannin

定 義 本品は、タンニン（抽出物）のうち五倍子、タラ末又は没食子から得られた、タンニン及びタンニ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、タンニン酸として96%以上を含む。

性 状 本品は、黄白～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味が極めて渋い。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→20）5 mLに塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 六水和物溶液（1→10）2滴を加えるとき、液は、帯青黒色を呈し、放置するとき、沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液（1→20）5 mLずつにそれぞれアルブミン試液1滴、ゼラチン試液1滴又はデンプン試液1 mLを加えるとき、それぞれ沈殿を生じる。

(3) 本品1 gを水100 mLに溶かし、塩酸（1→2）5 mLを加えて80～90℃で2時間加熱した後、検液とする。別に没食子酸没食子酸一水和物0.1 gを水100 mLに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ5 μLずつ量り、ギ酸エチル／トルエン／ギ酸混液（5：4：1）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、紫外線（波長254nm付近）で観察するとき、Rf値が0.35付近にスポットを認め、紫外線下で青紫色の蛍光を発する。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（蛍光剤入り）を担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

(4) 本品0.050g50mgを水3 mLに溶かし、水酸化カルシウム試液1 mLを加えよく振り混ぜるとき、液は、黄色又は赤色を呈さない。

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

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして~~10~~2μg/g以下 (~~1.0~~2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As₂O₃として~~4.0~~3μg/g以下 (0.50 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) ガム質又はデキストリン

本品 3.0 g を熱湯 15 mL に溶かすとき、液は混濁してもわずかである。この液を冷却してろ過し、ろ液 5 mL にエタノール (95) 5 mL を加えるとき、液は混濁しない。

~~(5)~~(4) 樹脂状物質

~~(4)~~(3)のろ液 5 mL に水 10 mL を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 7.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品 0.100 g 及び没食子酸没食子酸一水和物 0.001 g 1 mg を正確に量り、水/メタノール混液 (4 : 1) を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、検液及び比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 mL 量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。没食子酸のピークが保持時間 2.2~2.5 分に現れることを確認する。検液注入後、0~30 分の間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、10~25 分に現れるすべてのピークをタンニン酸のピークとしてその面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 7 µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相 A 0.1w/v %リン酸溶液,

移動相 B 0.1w/v %リン酸含有メタノールリン酸・メタノール溶液

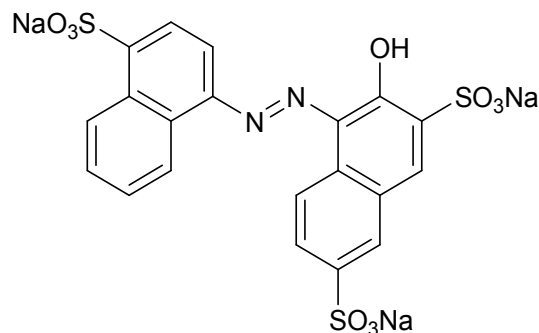
濃度勾配 A : B (80 : 20) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 30 分間行う。

流量 1.0 mL/分

食用赤色 2 号

Food Red No. 2

アマランス



$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$

分子量 604.48604.47

Trisodium 3-hydroxy-4- [(4-sulfonatophthalen-1-yl) diazenyl] naphthalene-2,7-disulfonate [915-67-3]

定義 本品は、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸をジアゾ化し、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、3-

ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウム ($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~赤褐～暗赤褐色~~ごく暗い黄赤～ごく暗い赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、帯紫赤色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、紫色を呈し、この液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、帯紫赤色を呈する。~~

~~(3) 本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100ml を加えて溶かし、この液は、こい赤～こい紫みの赤色を呈し、この液 1 ml に酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100ml とした液は、波長 518～522nm に極大吸収部がある。~~

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3µg/g 以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(5) 副成色素 3%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 510nm

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 10 分間保持し、A : B (100 : 0) から (50 : 50) までの直線濃度勾配を 20 分間行い、A : B (50 : 50) で 5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～35 分の間

(6) 未反応原料及び反応中間体 ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム~~ 総量として 0.5%以下

本品約 0.1g を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム~~ をそれぞれ 0.0100g 約 10mg ずつを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、それぞれ正確に 100ml とし、標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸~~

トリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

~~濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後, A : B (100 : 0) から (70 : 30) (40 : 60) までの直線濃度勾配を5030分間行う。行い, A : B (40 : 60) で5分間保持する。A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から (50 : 50) の直線濃度勾配を20分間行い, A : B (50 : 50) で5分間保持する。~~

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下, ~~α-ナフチルアミン~~ 1-ナフチルアミンとして1.0μg/g以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.7gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III) 溶液1mL=15.11mg $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$

食用赤色2号アルミニウムレーキ

Food Red No.2 Aluminium Lake

アマランスアルミニウムレーキ

定義 本品は, アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ, これに「食用赤色2号」を吸着させ, ろ過, 乾燥, 粉碎して得られたものである。

含量 本品は, 3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2, 7-ジスルホン酸三ナトリウム($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3=604.487$)として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 帯紫赤色の微細な粉末で, においが無い。

~~確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え, 水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。冷後, 上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき, 液は, 帯紫赤色を呈する。~~

~~(2)(1)~~ (1) 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え, よくかき混ぜた後, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に, 測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように, この液1~10mLを量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長518~522nmに極大吸収部がある。

~~(3)(2)~~ (2) 本品 0.10.2 gに塩酸(1→4) 10mL20mLを加え, 水浴中で 5分間加熱して後, よく振り混ぜて大部分を溶かし, 活性炭 0.51.0 gを加え, よく振り混ぜた後, ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和, pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は, アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

(2) ~~重金属 Pbとして20µg/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~ 鉛 Pbとして5µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))~~

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

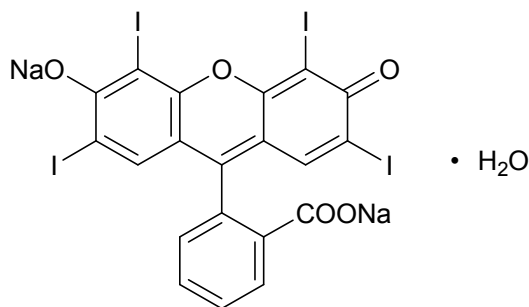
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 15.11mg C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃

食用赤色3号

Food Red No. 3

エリスロシン



C₂₀H₆I₄Na₂O₅ • H₂O

分子量 897.87

Disodium 2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate monohydrate

[16423-68-0, 無水物]

定義 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサnten-9-イル)安息香酸二ナトリウム ~~1~~2水和物を主成分とする。

含量 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサnten-9-イル)安息香酸二ナトリウム ~~1~~2水和物 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅ • H₂O) として85.0%以上を含む。

性状 本品は, ~~赤~褐色~~こい黄赤~こい赤色の粉末又は粒で, においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は, 帯青赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5mLに塩酸1mLを加えるとき, 赤色の沈殿を生じる。~~

(3) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は, 褐黄色を呈し, この液2~3滴を水5mLに加えるとき, だいたい赤色の沈殿を生じる。~~

(4) 本品0.1gに~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 500mLを加えて溶かし, ~~た液は, あざやかな黄みの赤色を呈する。~~この液3 mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて200 mLとした液は, 波長524~528nmに極大吸収部がある。

pH 6.5~10.0 (1.0g, 水100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5~10.0(1.0g, 水 100ml)~~

~~(3)(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 2.0%以下 (タール色素試験法)~~

試料約 0.1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 100mL とし, この液 20mL を正確に量り, 水に溶かして正確に 50mL とし検液とし, タール色素試験法により試験を行う。

~~(4)(3) ヨウ化物 0.4%以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 重金属 Zn として 200 μ g/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(1))~~

~~Pb として 20 μ g/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (タール色素試験法, 第 2 法)

(5) 亜鉛 Zn として 200 μ g/g 以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

~~(6)(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3 μ g/g 以下 (タール色素試験法)~~

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素 4%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 530nm

濃度勾配 A : B (80 : 20) で 30 分間保持し, A : B (80 : 20) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 8 分間行い, A : B (30 : 70) で 12 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後, 0~50 分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 レソルシノール, フタル酸, フルオレセイン 総量として 0.1% 以下

2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸 0.2%以下

本品約 0.1 g を精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥したレソルシノール, フタル酸, フルオレセイン及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸それぞれ約 10mg ずつを精密に量り, レソルシノール, フタル酸及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸はアセトニトリル 5 mL に, フルオレセインはアンモニア水 (1 → 25) 5 mL にそれぞれ溶かして酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とする。これらの液 10mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準原液とする。標準原液 1 mL, 5 mL, 10mL 及び 50mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り, 以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により検液のフタル酸, レソルシノール, フルオレセイン及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸の量をそれぞれ求める。

操作条件

測定波長 223nm

濃度勾配 A : B (80 : 20) で 30 分間保持し, A : B (80 : 20) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 8 分間行い, A : B (30 : 70) で 12 分間保持する。

乾燥減量 12.0%以下 (135°C, 6 時間)

定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100~~mL~~mL とし, この液 50~~mL~~mL を正

確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色 3 号 (C}_{20}\text{H}_6\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.148}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

食用赤色 3 号アルミニウムレーキ

Food Red No. 3 Aluminium Lake
エリスロシンアルミニウムレーキ

定 義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用赤色 3 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含 量 本品は、2- (2, 4, 5, 7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサンテン-9-イル) 安息香酸二ナトリウム ~~1-~~水和物 (C₂₀H₆I₄Na₂O₅ · H₂O = 897.87) として 10.0% 以上を含む。

性 状 本品は、あざやかな紫みの赤～あざやかな赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品 0.1g に硫酸 5ml を加え、水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、液は、淡褐だいたい色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、だいたい赤色の沈殿が生じる。~~

~~(2)~~ (1) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5 ~~ml~~ ml を加え、水浴 ~~中~~ 中 で加熱して溶かし、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 ~~ml~~ ml とする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が 0.2～0.7 の範囲になるように、この液 0.5～5 ~~ml~~ ml を量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 ~~ml~~ ml とした液は、波長 524～528nm に極大吸収部がある。

~~(3)~~ (2) 本品 ~~0.10.2~~ g に塩酸 (1→4) ~~10ml20ml~~ ml を加え、水浴中で 5 分間加熱して後、よく振り混ぜて 大部分を溶かし、活性炭 ~~0.51.0~~ g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて 中和 pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整 した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5% 以下 (タール色素レーキ試験法)

(2) ヨウ化物 0.2% 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(3) 重金属 Zn として 50µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(1))
Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(3) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(5) 亜鉛 Zn として 50µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5)(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.03µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)~~

~~(6) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(2))~~

乾燥減量 30.0% 以下 (135°C, 6 時間)

定 量 法 本品約 0.1g を精密に量り、100 ~~ml~~ ml のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 50 ~~ml~~ ml を加えて溶かし、500 ~~ml~~ ml のメスフラスコに移す。次に ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でビーカーを洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、~~酢酸アンモ~~

~~ニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 500~~mL~~ とし、試料液とする。次に、測定する吸光度が 0.2~0.7 の範囲になるように試料液 10~20~~mL~~ の一定量を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 200~~mL~~ とし、検液とする。検液の波長 526nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

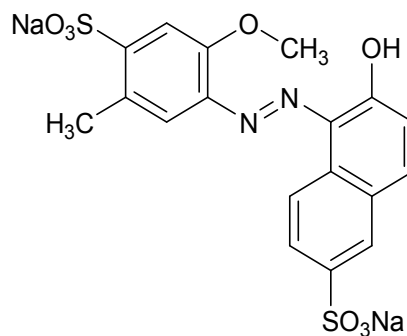
$$\text{食用赤色 3 号 (C}_{20}\text{H}_6\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{A \times 0.1}{0.111 \times S \times \text{試料の摂取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

ただし、S : 検液の調製に用いた試料液の ~~mL~~ 数

食用赤色 40 号

Food Red No. 40

アルラレッド AC



$\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$

分子量 496.42

Disodium 6-hydroxy-5- [(2-methoxy-5-methyl-4-sulfonatophenyl) diazenyl] naphthalene-2-sulfonate [25956-17-6]

定 義 本品は、4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、6-ヒドロキシ-5- [(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル) ジアゼニル] ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含 量 本品は、6-ヒドロキシ-5- [(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル) ジアゼニル] ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム ($\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$) として 85.0% 以上を含む。

性 状 本品は、暗い黄赤~暗い赤色又はこい黄みの赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は、赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、暗赤紫色を呈し、この液 2~3 滴を水 5mL に加えるとき、液は、赤色を呈する。~~

(3) 本品 0.1 g に ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100~~mL~~ を加えて溶かし、た液は、あざやかな黄みの赤~あざやかな赤色を呈する。 この液 1 ~~mL~~ に ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて 100~~mL~~ とした液は、波長 497~501nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属—Pbとして20 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

~~(4)(3)~~ 鉛 Pbとして~~10~~2 μ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As₂O₃として~~4.0~~3 μ g/g以下 (タール色素試験法)

~~(6)(5)~~ 低スルホン化副成色素 1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾ β -ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素をそれぞれ~~0.0100g~~約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, 検液のクレシジンスルホン酸アゾ β -ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素の量を求め, その合計値を求める。

操作条件

測定波長 ~~515~~510nm

移動相—A ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)

移動相 B ~~メタノールアセトニトリル/水混液(7:3)~~

濃度勾配 A:B(100:0)で10分間保持し, A:B(100:0)から~~(0:100)~~(40:60)までの直線濃度勾配を~~50~~40分間行い, 10分間保持する。

~~(7)(6)~~ 高スルホン化副成色素 1.0%以下

~~(6)(5)~~の検液~~20 μ l~~を量り, ~~検液とする。~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素をそれぞれ~~0.0100g~~約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, ~~(6)(5)~~の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 検液のクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素の量を求め, その合計値を求める。

~~(8)(7)~~ 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム 0.3%以下

~~(6)(5)~~の検液~~20 μ l~~を量り, ~~検液とする。~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム~~0.0100g~~約10mgを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により, 検液の6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウムの量を求める。

操作条件

測定波長 ~~290~~238nm

移動相 A ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 \Rightarrow 1,000)~~, ~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~

移動相 B ~~メタノールアセトニトリル/水混液(7:3)~~

濃度勾配 A:B(100:0)で10分間保持し, A:B(100:0)から~~(0:100)~~(40:60)までの直線濃度勾配を~~50~~40分間行い, 10分間保持する。

~~(9)(8)~~ 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下

~~(6)~~(5)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、~~検液とするを用いて試験を行う。~~別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.0100g 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、~~(8)~~(7)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

~~(10)~~(9) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 1.0%以下

~~(6)~~(5)の検液 $20\mu\text{l}$ を量り、~~検液とするを用いて試験を行う。~~別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 0.0100g 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、~~(8)~~(7)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウムの量を求める。

~~(11)~~(10) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下、2-メトキシ-5-メチルアニリンとして $10\mu\text{g/g}$ 以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250mL とし、この液 50mL を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1mL = 12.41mg $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$

食用赤色 40 号アルミニウムレーキ

Food Red No. 40 Aluminium Lake

アルラレッドACアルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用赤色 40 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、6-ヒドロキシ-5-[(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム ($\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$ = 496.42) として10.0%以上を含む。

性状 本品は、だいたいあざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、暗紫赤色を呈する。冷後、上澄液2～3滴を水5mLに加えるとき、液は、赤色を呈する。~~

~~(2)~~(1) 本品0.1gを量り、アンモニア水 (~~4.1~~→10025) 60mL を加え、沸騰するまで加熱し、約 40mL とした後、放冷して遠心分離する。その上澄液をとり、残留物に水 10mL を加えてよく混和し、再度遠心分離する。両上澄液を合わせ、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とする。次に、測定する吸光度が0.2～0.7の範囲になるように、この液 $1\sim 10\text{mL}$ を量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 $497\sim 501\text{nm}$ に極大吸収部がある。

~~(3)~~(2) 本品 $0.10.2\text{g}$ に塩酸 (1→4) 10mL 20mL を加え、水浴中で 5分間加熱して後、よく振り混

ぜて溶かし、活性炭 ~~0.5~~1.0 g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて 中和 pH 試験紙を用いて pH3 ~ 4 に調整 した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

~~(3)(2) 鉛 Pb として 10~~5 µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2)の試料液 10ml を量り, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 1.0ml に塩酸(1→4)を加えて 20ml 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。~~

~~(4)(3) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)~~

~~(5)(4) ヒ素 As₂として 4.0~~3 µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~本品 0.10g を量り, アンモニア水(4→100)60ml を加え, 沸騰するまで加熱し, 約 40ml とした後, 放冷して遠心分離する。その上澄液をとり, 残留物にメタノール 10ml を加えて, よく混和し, 再度遠心分離する。両上澄液を合わせ, 酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えて正確に 100ml とし, これを検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(6)を準用する。~~

~~(7) 高スルホン化副成色素 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(7)を準用する。~~

~~(8) 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸-ナトリウム 0.3%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(8)を準用する。~~

~~(9) 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(9)を準用する。~~

~~(10) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(10)を準用する。~~

~~(11) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして 0.01%以下(含量 85.0%として)~~

~~タール色素として本品 0.85g を量り, 酢酸エチル 70ml を加え, 時々振り混ぜながら 1 時間放置した後, 乾いた定量分析用ろ紙(5 種 C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を酢酸エチル 10ml ずつで 3 回洗い, 洗液を先のろ液に加える。このろ液を, 塩酸(3→10)10ml で 3 回抽出し, 塩酸抽出液を合わせ, 水を加えて正確に 50ml とし, 試料液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(11)を準用する。~~

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6 時間)

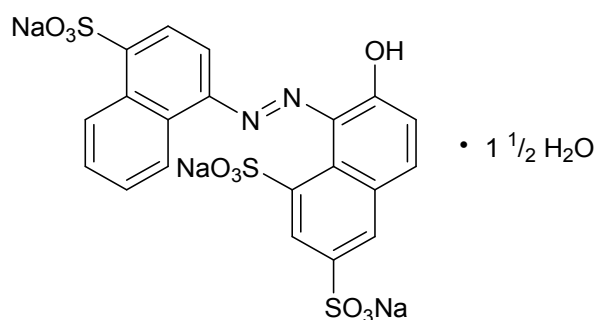
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20ml となるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 ml = 12.41mg C₁₈H₁₄N₂Na₂O₈S₂

食用赤色 102 号

Food Red No. 102

ニューコクシン



$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$

分子量 631.50

Trisodium 7-hydroxy-8- [(4-sulfonatophenyl)diazenyl] naphthalene-1,3-disulfonate sesquihydrate [2611-82-7, 無水物]

定義 本品は、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸をジアゾ化し、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものである。7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム $1\frac{1}{2}$ 水和物を主成分とする。

含量 本品は、7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム $1\frac{1}{2}$ 水和物 ($C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~赤〜暗赤~~ こい黄赤〜こい赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1⇒1,000)は、赤色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1⇒100)は、紫赤色を呈し、この液2〜3滴を水5mLに加えるとき、液は、黄赤色を呈する。~~

(3) 本品 0.1g に酢酸アンモニウム溶液(3⇒2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL を加えて溶かし、~~た液はあざやかな黄赤〜あざやかな赤色を呈する。~~この液 1mL に酢酸アンモニウム溶液(3⇒2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 506〜510nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 8.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4)(3) 鉛 Pb として 10.2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3µg/g 以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(5) 副成色素 1%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により以下の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 510nm

濃度勾配 A : B (100 : 0) から (40 : 60) までの直線勾配を 30 分間行い、A : B (40 : 60) で 5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後 0 ~ 35 分の間

- (6) 未反応原料及び反応中間体 ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし正確に100mLとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~ 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし、それぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、検液の~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~ 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

濃度勾配 ~~A液を100%で5分間保持した後, A : B (100 : 0)から(70 : 30)~~ (40 : 60) までの直線濃度勾配を50分間行う。 ~~い, A : B (40 : 60) で5分間保持する。~~

- (7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 ~~α-ナフチルアミン~~ 1-ナフチルアミンとして1.0μg/g以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

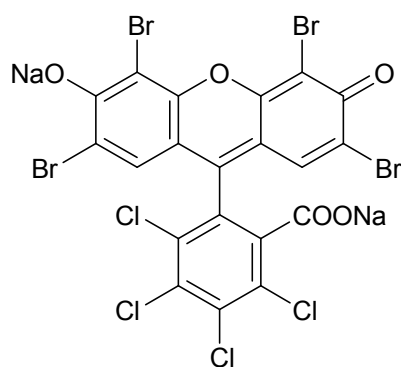
定量法 本品約1.7gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III)法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III) 溶液 1mL = 15.79mg $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 10H_2O$

食用赤色 104 号

Food Red No. 104

フロキシシ



$C_{20}H_2Br_4Cl_4Na_2O_5$

分子量 829.63

Disodium 3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetrabromo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate
[18472-87-2]

定義 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブロモ-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブロモ-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ($C_{20}H_2Br_4Cl_4Na_2O_5$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~赤～暗赤褐~~こい黄赤～こい赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は、だいたい赤色を呈し、緑黄色の蛍光を発する。~~

~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5mlに塩酸1mlを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、蛍光は消える。~~

~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は、帯褐黄色を呈し、蛍光は発せず、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、蛍光は発しない。~~

~~(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)200mlを加えて溶かし、た液はあざやかな黄みの赤色を呈し、あざやかな黄赤色の蛍光を発する。この液1mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mlとした液は、波長536～540nmに極大吸収部がある。~~

pH 6.5～10.0 (1.0g, 水100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5～10.0 (1.0g, 水100ml)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(4)~~ (3) 臭化物 1.0%以下 (タール色素試験法)

~~(5) 重金属 Znとして200µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))
Pbとして20µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (タール色素試験法, 第2法)

(5) 亜鉛 Znとして200µg/g以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

(6) ヒ素 As_2O_3 として 4.03µg/g以下 (タール色素試験法)

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素, 未反応原料及び反応中間体 6%以下

本品約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)に溶かして正確に100mlと

し検液とする。検液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の1000分の1をAとし、検液注入後、0～30分の間に現れるAより大きいピーク面積の総和をA_Tとし、主色素ピーク以外のピークを副成色素、未反応原料及び反応中間体としてその面積の和をA_Oとし、次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素、未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 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4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

濃度勾配 A:B (75:25) から (10:90) までの直線濃度勾配を25分間行い、A:B (10:90) で5分間保持する。

流量: 1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後0～30分の間

- (8) ヘキサクロロベンゼン 5.0µg/g以下

本品約 0.02g20mg を精密に量り、50mLの遠心管に入れ、水 30mLを加えて溶かし、ヘキサン 10mLを正確に加え、5分間振り混ぜる。ヘキサン層を栓付試験管にとり、無水硫酸ナトリウム 0.5gを加えて振り混ぜ、ヘキサン層をとる。別にヘキサクロロベンゼン 0.01g約 10mg を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとし、この液 5mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとし、この液 1mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとする。この液 1mL, 1mL, 2mL, 3mL及び6mLを正確に量り、ヘキサンを加えてそれぞれ正確に 50mL, 10mL, 10mL, 10mL及び10mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1µL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。次に標準液のヘキサクロロベンゼ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ヘキサクロロベンゼンのピーク面積から検液中のヘキサクロロベンゼンの量を求める。

操作条件

検出器 電子捕獲型検出器

カラム 内径0.25mm, 長さ30mのケイ酸ガラス製の細管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%ジフェニル95%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 60℃で1分間保持し、その後、280℃まで昇温し、280℃に到達後、を5分間保持する。昇温条件は、ヘキサクロロベンゼンのピークが他のピークと分離し、10～15分後に現れるように調整する。

注入口温度 260℃

検出器温度 300℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 ヘキサクロロベンゼンのピークが10～15分後に現れるように調整する。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

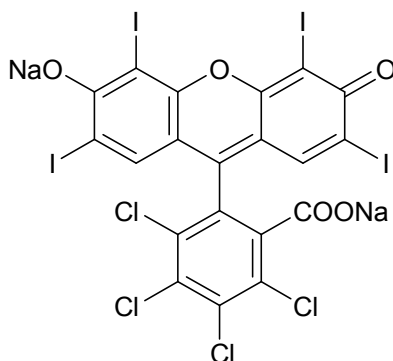
定量法 本品約1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色 104 号 (C}_{20}\text{H}_2\text{Br}_4\text{Cl}_4\text{Na}_2\text{O}_5\text{) の含量(\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.112}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100(\%)$$

食用赤色 105 号

Food Red No. 105

ローズベンガル



$\text{C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5$

分子量 1017.64

Disodium 3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate
[632-69-9]

定義 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ($\text{C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~帯紫赤～赤褐ごく暗い黄赤～暗い紫みの赤色~~の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は、帯青赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5mlに塩酸1mlを加えるとき、帯青赤色の沈殿を生じる。~~

(3) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、褐黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、帯青赤色の沈殿を生じる。~~

(4) 本品 0.1g に ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 200mL を加えて溶かし、~~た液は、あざやかな黄みの赤～赤色を呈し、~~ この液 1mL に ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 546～550nm に極大吸収部がある。

pH 6.5～10.0 (1.0g, 水100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) ~~液性 pH6.5～10.0(1.0g, 水100ml)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物及び硫酸塩 総量として 5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(4)(3)~~ ヨウ化物 0.4%以下 (タール色素試験法)

~~(5) 重金属 Znとして 200µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))~~

~~Pbとして 20µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(5) 亜鉛 Znとして 200µg/g以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

(6) ヒ素 As₂O₃として 4.03µg/g以下 (タール色素試験法)

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素, 未反応原料及び反応中間体 4.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に100mLとし
検液とする。検液の一定量を量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主
色素ピーク面積の1000分の1をAとし, 検液注入後, 0~30分の間に現れるAより大きいピーク
面積の総和をA_Tとし, 主色素ピーク以外のピークを副成色素, 未反応原料及び反応中間体とし
てその面積の和をA_Oとし, 次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素, 未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 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4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

濃度勾配 A : B (75 : 25) から (10 : 90) までの直線濃度勾配を25分間行い, A : B (10 : 90)
で5分間保持する。

流量 : 1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後0~30分の間

(8) ヘキサクロロベンゼン 6.5µg/g以下

「食用赤色104号」の純度試験(8)を準用する。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

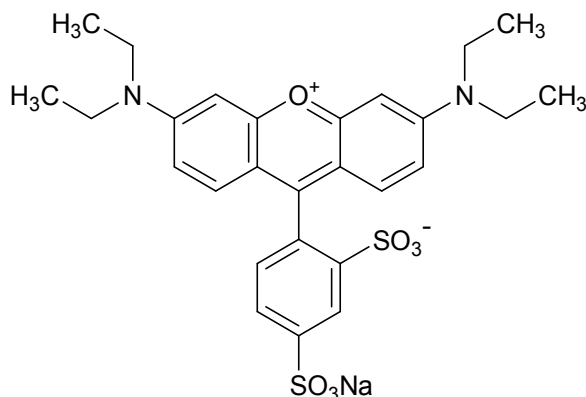
定量法 本品約1gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に100mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色105号 (C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.090}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

食用赤色106号

Food Red No.106

アシッドレッド



$C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$

分子量 580.65

Monosodium 6-[3,6-bis(diethylamino)xanthenium-9-yl]benzene-1,3-disulfonate [3520-42-1]

定義 本品は、6-[3,6-ビス(ジエチルアミノ)キサランテニウム-9-イル]ベンゼン-1,3-ジスルホン酸ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、6-[3,6-ビス(ジエチルアミノ)キサランテニウム-9-イル]ベンゼン-1,3-ジスルホン酸ナトリウム($C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$)として85.0%以上を含む。

性状 本品は、紫褐色暗い黄赤～暗い黄みの赤色，又はごく暗い赤みの紫～ごく暗い赤紫色の粉末又は粒で，においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は，帯青赤色を呈し，淡黄色の蛍光を發する。~~

~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5mLに塩酸1mLを加えるとき，液は，赤色に変わり，蛍光色は変わらない。~~

~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は，だいたい黄色を呈し，緑黄色の蛍光を發し，この液2～3滴を水5mLに加えるとき，液は，帯青赤色を呈し，わずかに緑黄色の蛍光を發する。~~

(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)500mLを加えて溶かした液は，こい赤紫色を呈し，この液3mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて200mLとした液は，波長564～568nmに極大吸収部がある。

pH 6.5～10.0 (1.0g, 水100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5～10.0(1.0g, 水100ml)~~

~~(3) (2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)~~

~~(4) 重金属 Crとして25μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mnとして50μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

~~ただし，クロムの試験の場合，試料液及び空試験液は，それぞれ10.0mLずつを用いる。~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mnとして50μg/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Crとして25μg/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

試料液20mL, 塩酸(1→4)10mL及び水を加えて50mLとし，検液とする。空試験液は，試料

を用いずに検液の調製と同様に操作した液とする。別に、クロム標準液 4 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。検液、比較液及び空試験液につき、タール色素試験法に準じて試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

~~(5)~~(6) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素試験法）

~~(6)~~—他の色素（タール色素試験法、他の色素(3)）

(7) 副成色素、未反応原料及び反応中間体 10%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 100 mL とし検液とする。検液の一定量を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の 1000 分の 1 を A とし、検液注入後、0～35 分の間に見れる A より大きいピーク面積の総和を A_T とし、主色素ピーク以外のピークを副成色素、未反応原料及び反応中間体としてその面積の和を A_O とし、次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素、未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 254 nm）

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

カラム管 内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 40°C 付近の一定温度

濃度勾配 A : B (70 : 30) から (20 : 80) までの直線濃度勾配を 30 分間行い、A : B (20 : 80) で 5 分間保持する

流量：1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後 0～35 分の間

乾燥減量 10.0%以下 (135°C, 6 時間)

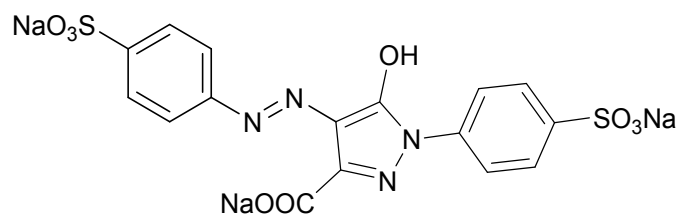
定量法 本品約 3 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とし、この液 50 mL を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 法 (iv) により定量する。

0.1 mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 29.03 mg $C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$

食用黄色 4 号

Food Yellow No. 4

タートラジン



$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

分子量 ~~534.37~~ 534.36

Trisodium 5-hydroxy-1-(4-sulfonatophenyl)-4-[(4-sulfonatophenyl) diazenyl]-1H-pyrazole-3-carboxylate [1934-21-0]

定 義 本品は、4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸とカップリングさせ、塩析、精製して得られたものであり、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウムを主成分とする。

含 量 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム (C₁₆H₉N₄Na₃O₉S₂) として 85.0%以上を含む。

性 状 本品は、~~だいたい黄~~だいたいあざやかな赤みの黄～あざやかな黄赤色の粉末又は粒、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は、黄色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、黄色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mlを加えて溶かした液はあざやかな黄色を呈し、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mlとした液は、波長426～430nmに極大吸収部がある。~~

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として6.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (タール色素試験法、重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (タール色素試験法、第1法)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法、他の色素(1))~~

(5) 副成色素1%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 430nm

濃度勾配 A : B (100 : 0) から (65 : 35) までの直線勾配を30分間行い、A : B (65 : 35) で5分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後0～35分の間

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて溶かし正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り、~~4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムは水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)を加~~

~~えて溶かし、他は酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて溶かし、それぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。ただし、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-~~(ジアゾアミノ)~~-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により検液の4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-~~(ジアゾアミノ)~~-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)、B アセトニトリル~~

濃度勾配 ~~A液を100%で5分間保持した後、~~A : B (100 : 0) から (65 : 35) までの直線勾配を30分間行い、A : B (65 : 35) で5分間保持する。

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)法(iii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液1mL=13.36mg $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

食用黄色4号アルミニウムレーキ

Food Yellow No. 4 Aluminium Lake

タートラジナルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用黄色4号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム($C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2=534.376$)として10.0%以上を含む。

性状 本品は、~~黄あざやかな黄~~明い黄赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、黄色を呈する。冷後、上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、黄色を呈する。~~

~~(2)(1)~~ 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え、よくかき混ぜた後、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて100mLとした液は、波長426~430nmに極大吸収部がある。

~~(3)(2)~~ 本品0.10.2gに塩酸(1→4) 10mL20mLを加え、水浴中で5分間加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭0.51.0gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))~~

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

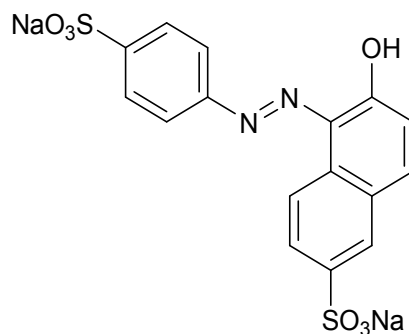
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(3)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 溶液 1mL=13.36mg C₁₆H₉N₄Na₃O₉S₂

食用黄色5号

Food Yellow No. 5

サンセットイエローFCF



C₁₆H₁₀N₂Na₂O₇S₂

分子量 452.37

Disodium 6-hydroxy-5-[(4-sulfonatophenyl) diazenyl]naphthalene-2-sulfonate [2783-94-0]

定義 本品は, 4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸とカップリングさせた後, 塩析し, 精製して得られたものであり, 6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は, 6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム (C₁₆H₁₀N₂Na₂O₇S₂) として85.0%以上を含む。

性状 本品は, ~~だいたいあざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色~~, 又はこい黄みの赤～こい赤色の粉末又は粒で, においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は, だいたい色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は, だいたい赤色を呈し, この液2～3滴を水5mLに加えるとき, 液は, だいたい黄色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mLを加えて溶かし~~ 液はあざやかな黄赤色を呈し, この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長480～484nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (タール色素試験法)

(5) 副成色素 スルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾ β -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素 総量として5%以下。ただし, スルファニル酸アゾR塩以外の色素は2%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 \rightarrow 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100 \pm 1 μ Lとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素,~~及びスルファニル酸アゾ β -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素を~~それぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 \rightarrow 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かしてそれぞれ正確に100 \pm 1 μ Lとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, 検液のスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾ β -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素の量を求め, その合計値を求める。ただし, 本条件ではアニリンアゾシェファー塩色素及びスルファニル酸アゾ β -ナフトール色素が分離しないため, スルファニル酸アゾ β -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素をスルファニル酸アゾ β -ナフトール色素として量を求める。

操作条件

測定波長 482nm

~~移動相 A-酢酸アンモニウム溶液(1.54 \rightarrow 1,000), B-アセトニトリル~~

濃度勾配 A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から(0 : 100) (40 : 60) までの直線濃度勾配を5040分間行い, 10分間保持する。

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンジスルホン酸)二ナトリウム及び4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 \rightarrow 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100 \pm 1 μ Lとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンジスルホン酸)二ナトリウム及び4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムは水酸化ナトリウム溶液(4 \rightarrow 1,000)を加えて溶かし, 他は酢酸アンモニウム溶液(1.54 \rightarrow 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100 \pm 1 μ Lとし, 標準原液とする。ただし, 4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)

により、検液の4-アミノベンゼンスルホン酸、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 ~~4-アミノベンゼンスルホン酸 232nm~~
~~7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 232nm~~
~~3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 232nm~~
~~6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム 232nm~~
~~6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 232nm~~
~~4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 358nm~~ 238nm

移動相 ~~A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

濃度勾配 A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から(0 : 100) (40 : 60) までの直線濃度勾配を50分間行い, 10分間保持する。

(7) 1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール (スタン I) 1 µg/g 以下

試料約0.5gを精密に量り, 50mLの遠心管に入れ, 水10mLを加え, 超音波処理して溶解する。これにアセトニトリル5mLを加えよく混合する。更に酢酸エチル20mLを加えて1分間振とうした後, 毎分3000回転で1分間遠心分離し, 上層を分取する。下層に酢酸エチル20mLを加えて1分間振とうして, 遠心分離し, 上層を先の上層に合わせ, 40°Cで減圧下に蒸発乾固する。残留物をアセトニトリル/水混液(7 : 3)に溶解し, 正確に2mLとし, ポリテトラフルオロエチレン製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1-フェニルアゾ-2-ナフタレノールを24時間減圧下で乾燥し, 約10mgを精密に量り, アセトニトリルを加え, 超音波処理して完全に溶解し, 正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り, アセトニトリル/水混液(7 : 3)を加えて正確に100mLとする。この液の適量を正確に量り, アセトニトリル/水混液(7 : 3)を加えて1mL中に1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール0.05~0.5µgを含むように正確に希釈し, 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。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1-フェニルアゾ-2-ナフタレノールのピーク面積を測定し, 検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 可視吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 485nm)

カラム充填剤 5µmの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15~25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 アセトニトリル/水混液(7 : 3)

流量 1mL/分

(8) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 (タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.3gを精密に量り, 水を加えて溶かして正確に250mLとし, この液50mLを正

確に量り，検液とし，タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1mL=11.31mg $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

食用黄色 5 号アルミニウムレーキ

Food Yellow No.5 Aluminium Lake

サンセットイエローFCF アルミニウムレーキ

定義 本品は，アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ，これに「食用黄色 5 号」を吸着させ，ろ過，乾燥，粉碎して得られたものである。

含量 本品は，6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム($C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2=452.37$)として 10.0%以上を含む。

性状 本品は，~~だいたい黄あざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色又はこい黄みの赤～こい赤色~~の微細な粉末で，においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品 0.1g に硫酸 5mL を加え，水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき，液は，だいたい赤色を呈する。冷後，上澄液 2～3 滴を水 5mL に加えるとき液は，だいたい黄色を呈する。~~

~~(2)(1)~~ (1) 本品 0.1g に硫酸 (1→20) 5 mL を加え，よくかき混ぜた後，~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 mL とする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に，測定する吸光度が 0.2～0.7 の範囲になるように，この液 1～10 mL を量り，~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 mL とした液は，波長 480～484nm に極大吸収部がある。

~~(3)(2)~~ (2) 本品 ~~0.10.2~~g に塩酸 (1→4) ~~10mL~~20mL を加え，水浴中で 5 分間加熱して後，よく振り混ぜて溶かし，活性炭 ~~0.5~~1.0g を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて 中和 pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整した液は，アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法，重金属(3))~~

(2) 鉛 Pb として 5μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Ba として 500μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 副成色素—スルファニルアゾ G 塩色素，スルファニル酸アゾ R 塩色素，スルファニル酸アゾ β-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファール塩色素—総量として 5%以下 (含量 85.0%として)。ただし，スルファニルアゾ R 塩色素以外の色素は 2%以下 (含量 85.0%として)。~~

~~本品約 0.1g を精密に量り，アンモニア水 (4→100) (1→25) 60mL を加え，沸騰するまで加熱し，約 40mL に濃縮した後，放冷して遠心分離する。その上澄液をとり，残留物に水 10mL を加えてよく混和し，再度遠心分離する。両上澄液を合わせ，酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし，これを検液とする。以下「食用黄色 5 号」の純度試験(5)を準用する。~~

乾燥減量 30.0%以下(135℃，6時間)

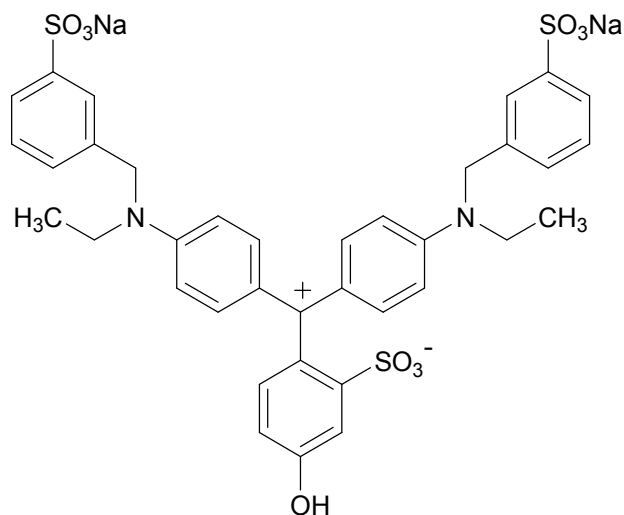
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20mL となるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 11.31mg $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

食用緑色 3 号

Food Green No. 3

ファストグリーン FCF



$C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$

分子量 808.85

Disodium

2-(bis{4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl}methyliumyl)-5-hydroxybenzenesulfonate [2353-45-9]

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム ($C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~金属光沢があり、ごく暗い赤みの黄~ごく暗い黄赤色又は暗い緑~暗い青緑色暗緑色の~~粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→2,000)は、青緑色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5ml に塩酸 1ml を加えるとき、液は、褐色に変わる。~~

(3) ~~本品の水溶液(1→1,000)5ml に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1ml を加えるとき、液は、青紫色に変わる。~~

(4) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、だいたい色を呈し、この液 2~3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、緑色を呈する。~~

(5) ~~本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 200mL を加えて溶かした液は暗い青緑~こい青緑色を呈し、この液 1 mL に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 622~626nm~~

に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Crとして50 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mnとして50 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pbとして20 μ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mnとして50 μ g/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Crとして50 μ g/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

~~(4)(6) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(4))~~

(7) 副成色素 6%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 625nm

濃度勾配 A : B (85 : 15) で5分間保持し, A : B (85 : 15) から (65 : 35) までの直線濃度勾配を10分間行い, (65 : 35) で20分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後, 0~35分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸 総量として0.5%以下, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 0.3%以下, 2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸 0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100mLとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム及び2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ約10mgずつ精密に量り, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムは, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム (C₁₅H₁₅CaNO₆S₂) として約10mgに対応する量を精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でそれぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により検液の2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム並びに2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムの量を求める。ただし, 2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムに対する3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの相対保持時間は約0.66及び約0.69であり, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの検量線によりその量を求める。

ここに得た2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に0.894, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量に0.907, 2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に0.9023を乗じて, 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸並びに2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸の

量を求める。

操作条件

測定波長 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸及び3-[*N*-エチル-*N*-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 254nm

2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸 300nm

濃度勾配 A : B (85 : 15) で5分間保持し, A : B (85 : 15) から (65 : 35) までの直線濃度勾配を10分間行い, (65 : 35) で20分間保持する。

(9) 色素前駆体 (ロイコ体) 5%以下

(8)の検液を検液とする。食用緑色3号ロイコ体標準原液を用い, 以下タール色素試験法(色素前駆体)により, (8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 検液の色素前駆体の量を求める。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約4.7gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)法(ii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液 1mL=40.44mg $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$

食用緑色3号アルミニウムレーキ

Food Green No.3 Aluminium Lake

ファストグリーンFCFアルミニウムレーキ

定義 本品は, アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ, これに「食用緑色3号」を吸着させ, ろ過, 乾燥, 粉碎して得られたものである。

含量 本品は, 2-(ビス{4-[*N*-エチル-*N*-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイリ)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム($C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3=808.85$)として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 暗緑青色の微細な粉末で, においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに塩酸(1→4)5mLを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 暗緑色を呈する。冷後, アンモニア試液を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(2) 本品0.1gに硫酸5mLを加え, 水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき, 液は, 暗だいたい色を呈する。冷後, 上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき, 液は, 緑色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 紫赤色を呈する。冷後, 塩酸(1→4)を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

(4)(1) 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え, よくかき混ぜた後, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて200mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に, 測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように, この液1~10mLを量り, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長622~626nmに極大吸収部がある。

~~(5)(2)~~ 本品 ~~0.10.2~~ g に塩酸 (1→4) ~~10ml~~20mL を加え、水浴中で ~~5分間~~加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭 ~~0.51.0~~ g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて ~~中和~~ pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0.3~~ µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(3))~~

乾燥減量 30.0%以下(135℃, 6時間)

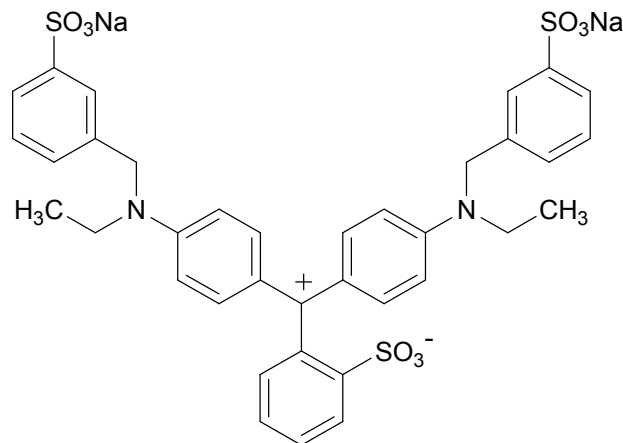
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20~~ml~~mL となるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 ~~ml~~mL = 40.44mg C₃₇H₃₄N₂Na₂O₁₀S₃

食用青色1号

Food Blue No. 1

ブリリアントブルーFCF



C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃

分子量 792.85

Disodium 2-(bis {4- [N-ethyl-N-(3-sulfonatophenyl)methyl] amino} phenyl} methyl)phenyl) benzenesulfonate [3844-45-9]

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)ベンゼンスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)ベンゼンスルホン酸二ナトリウム(C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)として85.0%以上を含む。

性状 本品は、金属光沢があり、~~帯赤~~暗い紫～暗い紫みの赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→2,000)は、青色を呈する。~~

- ~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5ml に塩酸 1ml を加えるとき、液は、暗黄緑色に変わる。~~
- ~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は、暗だいたい色を呈し、この液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、緑色を呈する。~~
- ~~(4) 本品の水溶液(1→1,000)5ml に水酸化ナトリウム溶液(1→5)5ml を加えて水浴中で加熱するとき、液は、紫赤色に変わる。~~
- (5) 本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 200mL を加えて溶かした液はあざやかな青～こい青色を呈し、この液 1mL に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 628～632nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 4.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Cr として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Cr として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

~~(4)(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.03µg/g 以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(4))~~

(7) 副成色素 6%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 630nm

濃度勾配 A : B (90 : 10) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 25 分間行い、5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～30 分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2-、3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸 総量として 1.5%以下、3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 0.3%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし、正確に 100mL とし、検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した 2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは、約 10mg を精密に量り、3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムは 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム(C₁₅H₁₅CaNO₆S₂)として約 10mg に対応する量を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でそれぞれ正確に 100mL とし標準原液とする。以下、タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の 2-、3-及び 4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム並びに 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量を求める。ただし、2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムについては標準原液 0.5mL、5mL、10mL 及び 20mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし、標準液とする。また、2-ホルミルベンゼ

ンスルホン酸ナトリウムに対する 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの相対保持時間は約 0.68 及び約 0.72 であり、3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの検量線によりその量を求める。ここに得た2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に 0.894, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量に 0.9073 を乗じて、2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸並びに3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

(9) 色素前駆体 (ロイコ体) 5%以下

(8)の検液を検液とする。以下タール色素試験法 (色素前駆体) により検液の色素前駆体の量を求める。

操作条件

測定波長 254nm

濃度勾配 A : B (90 : 10) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 25 分間行い、5 分間保持する。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約 4.8g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とし、この液 50mL を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の 三塩化チタン塩化チタン (III) 法(ii)により定量する。

0.1mol/L 三塩化チタン塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 39.64mg $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$

食用青色 1 号アルミニウムレーキ

Food Blue No.1 Aluminium Lake

ブリリアントブルーFCF アルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用青色 1 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイール)ベンゼンスルホン酸二ナトリウム ($C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3 = 792.85$) として 10.0%以上を含む。

性状 本品は、あざやかな青色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品 0.1g に塩酸(1→4)5ml を加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、ほとんど透明に溶け、液は、緑～暗緑色を呈する。冷後、アンモニア試液を加えて中和するとき、液は、青色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(2) 本品 0.1g に硫酸 5ml を加え、水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、液は、暗黄～暗灰褐色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、青～青緑色を呈する。~~

~~(3) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム溶液(1→10)5ml を加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、ほとんど透明に溶けて、液は、紫赤～赤紫色を呈する。冷後、塩酸(1→4)を加えて中和するとき、液は、青～赤紫色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(4)~~ (1) 本品 0.1g に硫酸 (1→20) 5 mL を加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 200mL とする。液が透明でないとき

は遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は、波長628~632nmに極大吸収部がある。

~~(5)(2)~~ 本品 ~~0.10.2~~ gに塩酸(1→4) ~~10mL~~ 20mLを加え、水浴中で 5分間加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭 ~~0.5~~ 1.0 gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて 中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下(タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下(タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~ 3 µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ(タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(3))~~

乾燥減量 30.0%以下(135°C, 6時間)

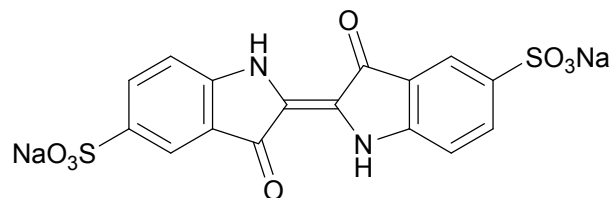
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III) 溶液 1 mL = 39.64mg C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃

食用青色2号

Food Blue No. 2

インジゴカルミン



C₁₆H₈N₂Na₂O₈S₂

分子量 466.35

Disodium 2, 2'-bi(3-oxo-1H-indolin-2-ylidene)-5, 5'-disulfonate [860-22-0]

定義 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウム(C₁₆H₈N₂Na₂O₈S₂)として85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~暗紫青~暗紫褐~~ ごく暗い紫みの青~ごく暗い紫色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→2,000)は、紫青色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、濃紫色を呈し、この液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、紫青色を呈する。~~

~~(3) 本品の水溶液(1→1,000)5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mLを加えるとき、液は、黄緑色に変わる。~~

~~(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 100mL

を加えて溶かした液はこい緑みの青～こい青色，又はごく暗い緑みの青～ごく暗い青色を呈し，この液 1mL に 酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は，波長 610～614nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 7.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Fe として 500µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(3))
Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) 鉄 Fe として 500µg/g 以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(2))

~~(4)(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.03µg/g 以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(6) 異性体 ((2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウム) 18%以下

本品約 0.1g を精密に量り酢酸 (1→1000) に溶かして正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り，酢酸 (1→1000) を加えて正確に 20mL とし，検液とする。ただし，検液は用時調製する。検液を一定量ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液の主ピーク面積の 1000 分の 1 を A とし，検液中の，面積測定範囲内にある A より大きいピーク面積の総和を A_T とし，2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムのピーク面積を A_B とする。次式により 2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの量を求める。ただし，食用青色 2 号に対する 2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの相対保持時間は約 1.22 である。

2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの量(%)

$$= \frac{A_B}{A_T} \times \text{含量} (\%)$$

操作条件

検出器 可視吸光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 610 nm)

カラム充填剤 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 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

流量 1mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 A : B (95 : 5) で 5 分間保持し，A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 25 分間行い，5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後，0～35 分の間

(7) 副成色素 1%以下 (2, 2´-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムを除く)

タール色素試験法（副成色素(2)）により次の操作条件で試験を行う。ただし、(6)の検液を検液とし、検液中の主色素ピーク及び2, 2'-ビ（3-オキソ-1*H*-インドリン-2-イリデン）-5, 7'-ジスルホン酸二ナトリウムのピーク以外のピーク面積の和をA_sとする。

操作条件

測定波長 610nm

濃度勾配 A : B (95 : 5) で5分間保持し、A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を25分間行い、5分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～35分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸 総量として0.5%以下本品約0.1gを精密に量り、酢酸（1→1000）を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸それぞれ約10mgを精密に量り、2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、及び2-アミノ-5-スルホ安息香酸は酢酸（1→1000）を加えて溶かし、2-アミノ安息香酸はアセトニトリル5mLを加えて溶かし、酢酸（1→1000）でそれぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。これらの標準原液0.5mL、1mL、2mL及び5mLを正確に量り、酢酸（1→1000）を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。ただし、標準液及び検液は用時調製とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に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。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。検液の2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸の量を求める。ここに得た2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物の量に0.923を乗じて2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸の量とする。

操作条件

測定波長 254 nm

濃度勾配 A : B (95 : 5) で5分間保持し、A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を25分間行い、5分間保持する。

乾燥減量 10.0%以下(135℃, 6時間)

定量法 本品約2.7gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に500mLとし、この液100mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(ii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 23.32mg C₁₆H₈N₂Na₂O₈S₂

食用青色2号アルミニウムレーキ

Food Blue No.2 Aluminium Lake

インジゴカルミンアルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用青色2号」を吸着

させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1*H*-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウム (C₁₆H₈N₂Na₂O₈S₂=466.35) として10.0%以上を含む。

性状 本品は、~~帯紫こい~~青色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、濃紫青色を呈する。冷後、上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、紫青色を呈する。~~

(2) ~~本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき、ほとんど澄明に溶け、液は、黄褐色を呈する。冷後、塩酸(1→4)を加えて中和するとき、液は、紫青~淡緑色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

(3) (1) 本品0.1gに硫酸(1→20)5mLを加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は、波長610~614nmに極大吸収部がある。

(4) (2) 本品~~0.10.2~~gに塩酸(1→4)~~10mL20mL~~を加え、水浴中で5分間加熱して後、よく振り混ぜて大部分を溶かし、活性炭~~0.51.0~~gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下(タール色素レーキ試験法)

(2) ~~重金属 Feとして250µg/g以下(タール色素レーキ試験法、重金属(2))~~

~~Pbとして20µg/g以下(タール色素レーキ試験法、重金属(3))~~

~~ただし、鉄の試験の場合、試料液及び空白試験液は、それぞれ4.0mLずつを用いる。~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(3) 鉄 Feとして250µg/g以下(タール色素レーキ試験法、亜鉛及び鉄(2))

(3) (4) バリウム Baとして500µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(4) (5) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(5) ~~他の色素レーキ(タール色素レーキ試験法、他の色素レーキ(4))~~

乾燥減量 30.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III) 溶液1mL=23.32mg C₁₆H₈N₂Na₂O₈S₂

ショ糖脂肪酸エステル

Sucrose Esters of Fatty Acids

定義 本品には、脂肪酸とショ糖のエステル及びショ糖酢酸イソ酪酸エステルがある。

性状 本品は、白~黄褐色の粉末状若しくは塊状の物質又は無~赤褐色の粘稠な樹脂状若しくは液状の物質で、においが無いか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品1gに~~エタノール製水酸化カリウム試液~~3.5w/v%水酸化カリウム・エタノー

ル試液 25mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱する。この液に水 50mL を加え、残留液が約 30mL になるまで蒸留する。冷後、残留液に塩酸 (1→4) 10mL を加えてよく振り混ぜた後、塩化ナトリウムを加えて飽和溶液とし、ジエチルエーテル 30mL ずつで2回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL で洗った後、無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて脱水し、ジエチルエーテルを留去する。更に送風してジエチルエーテルを十分に除き、残留物を 10℃ に冷却するとき、脂肪酸とショ糖のエステルの場合は油滴又は無～淡黄褐色の固体を析出し、ショ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合は酢酸のにおい及びイソ酪酸のにおいを有する液体が残る。

- (2) (1)のジエチルエーテル層を分離した水層 2mL を試験管にとり、水浴中でジエチルエーテルのにおいがなくなるまで加温し、冷後、アントロン試液 1mL を管壁に沿って静かに加えて層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。

純度試験 (1) 酸価 6.0 以下

本品約 3 g を精密に量り、2-プロパノール/水混液 (2 : 1) 60mL を加えて溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

- (2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (~~5.02.0~~ g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)
(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.03~~ µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)
(4) 遊離ショ糖 5.0% 以下

~~本品約 2 g を精密に量り、1-ブタノール 40mL を加え、水浴上で加温して溶かし、塩化ナトリウム溶液 (1→20) 20mL ずつで2回抽出し、抽出液を合わせ、塩酸 (1→4) 2mL を加えて水浴中で30分間加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液 2～3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和し、水を加えて正確に 100mL とし、試料液とする。試料液 20mL を正確に量り、ベルトラン試液 A 20mL 及びベルトラン試液 B 20mL を加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる (この際上澄液は、紫青色を呈している)。次に上澄液をガラスろ過器 (1-G-4) でろ過し、フラスコ内の沈殿を洗液がアルカリ性を示さなくなるまで温湯で洗い、洗液は、ガラスろ過器でろ過する (亜酸化銅は、なるべく空気に触れさせないように注意する)。次にフラスコ内の沈殿にベルトラン試液 C 20mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、ベルトラン試液 D で滴定する。その消費量から銅量を算定し、付表により転化糖の量を求め、次式により遊離ショ糖の量を求める。~~

$$\text{遊離ショ糖の量} = ((\text{転化糖の量 (g)} \times 0.95 \times 5) / \text{試料の採取量 (g)}) \times 100 (\%)$$

本品約 40mg を遠心管に精密に量り、内標準液 1 mL と N, N-ジメチルホルムアミド 1 mL, 及び N, O-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド 0.4mL 並びにトリメチルクロロシラン 0.2mL を添加後、激しく振り混ぜ、室温で5分放置したものを検液とする。ただし、内標準液は、オクタコサン 0.25 g を 50mL のメスフラスコに入れ、テトラヒドロフラン 25mL を加えてオクタコサンを溶解後、テトラヒドロフランを加えて正確に 50mL とする。別にスクロース約 50mg を精密に量り、N, N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10mL とし、この液 1, 2, 5 mL を採り、更に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10mL とする。この液 1 mL に内標準液 1 mL を加え、以下検液の調製と同様に操作し、シリル化スクロース標準液を調製する。検液とシリル化スクロース標準液をそれぞれ 1µL 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。検液のショ糖のピーク面積を測定し、内標準法により、検量線から遊離ショ糖の量を求め、次式により含量を求める。

$$\text{遊離シヨ糖の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中の遊離シヨ糖の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm, 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。

カラム温度 100 $^{\circ}$ Cで1分保持した後, 毎分12 $^{\circ}$ Cで300 $^{\circ}$ Cまで昇温し, 300 $^{\circ}$ Cを45分間保持する。

注入口温度 280 $^{\circ}$ C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 シヨ糖の誘導体のピークが約19分後に現れるように調整する。

- (5) ジメチルスルホキシド シヨ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除き, ジメチルスルホキシドとして2.0 μ g/g以下

本品約5gを精密に量り, テトラヒドロフランに溶かして正確に25 μ Lとし, 検液とする。別にジメチルスルホキシド約0.1gを精密に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 μ Lとする。この液1 μ Lを正確に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 μ Lとし, 標準原液とする。この標準原液0.5 μ L, 1 μ L, 2 μ L及び5 μ Lを正確に量り, それぞれにテトラヒドロフランを加え, それぞれを正確に50 μ Lとし, 標準液とする。検液及び4濃度の標準液をそれぞれ3 μ 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う。標準液のジメチルスルホキシドのピーク高さ又はピーク面積を測定し, 検量線を両対数方眼紙上で作成する。検液のジメチルスルホキシドのピーク高さ又はピーク面積を測定し, 検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 炎光光度検出器 (硫黄フィルター装着)

カラム充てん剤

液相 担体に対して10%のポリエチレングリコール20M及び3%の水酸化カリウム

担体 180~250 μ 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 150~170 $^{\circ}$ Cの一定温度

注入口温度 210 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 窒素

流量 ジメチルスルホキシドのピークが約3分後に現れるように調節する。

- (6) ジメチルホルムアミド ~~ジメチルホルムアミド~~ N, N-ジメチルホルムアミドとして1.0 μ g/g以下

本品約2gを精密に量り, テトラヒドロフランに溶かして正確に20 μ Lとし, 検液とする。別に, ~~ジメチルホルムアミド~~ N, N-ジメチルホルムアミド約0.1gを精密に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 μ Lとする。この液1 μ Lを正確に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 μ Lとし, 標準原液とする。この標準原液0.5 μ L, 1 μ L及び2 μ Lを正確に量り, それぞれにテトラヒドロフランを加え, 正確に100 μ Lとし, 標準液とする。検液及び3濃

度の標準液をそれぞれ1 ~~μ~~μLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液の~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線から~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドの量を求める。

操作条件

検出器 窒素リン検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~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ポリエチレングリコールを 0.5μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 40°Cで2分間保持し、~~その後~~、毎分 20°Cで 160°Cまで昇温し、160°Cに到達後、を 2分間保持する。

注入口温度 180°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピークが約6分後に現れるように調整する。

- (7) その他の溶媒（シヨ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除く）

~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン 10μg/g 以下

酢酸エチル, 2-プロパノール及びピロピレングリコール 合計量として 0.035%以下

メタノール 10μg/g 以下

2-メチル-1-プロパノール 10μg/g 以下

- (i) ~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノール

~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノールをそれぞれ約0.2gずつ精密に量り、混合し、水を加えて正確に50~~μ~~μLとし、標準液Aとする。標準液A 5~~μ~~μL及び10~~μ~~μLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に20~~μ~~μLとし、それぞれを標準液B及び標準液Cとする。専用バイアル瓶に本品1.00gを量り、水5~~μ~~μLを正確に加え、検液とする。同様に、別の3本の専用バイアル瓶に本品1.00gずつを量り、それぞれに標準液A, 標準液B及び標準液Cを5~~μ~~μLずつ正確に加え、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準検液の各溶媒成分のピーク面積を測定し、検液及び各標準検液中の各溶媒添加量を横軸に、そのピーク面積を縦軸にとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の各溶媒の量を求める。

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 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40°C

注入口温度 110°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 2-メチル1-プロパノールのピークが約5分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 80°C

バイアル内平衡時間 40分

注入量 1.0 ~~mL~~ mL

(ii) プロピレングリコール

本品約1 gを精密に量り、内標準溶液 0.1 ~~mL~~ mLを添加し、ピリジンに溶かして正確に10 ~~mL~~ mLとする。この液0.5 ~~mL~~ mLを正確に量り、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン 0.25 ~~mL~~ mL, トリメチルクロロシラン 0.1 ~~mL~~ mLを加えて激しく振り混ぜ、室温で30分放置した後、遠心分離し、その上層を検液とする。ただし、内標準溶液は、エチレングリコール ~~0.025 g~~ 25mgを量り、ピリジンを加えて正確に50 ~~mL~~ mLとする。別にプロピレングリコール約 ~~0.025 g~~ 25mgを精密に量り、ピリジンを加えて正確に50 ~~mL~~ mLとする。この液40 ~~µL~~ µL, ~~2000.2~~ 2 ~~mL~~ mL, ~~5000.5~~ 5 ~~mL~~ mL及び ~~1.000~~ 1 ~~mL~~ mLを正確に量り、それぞれに内標準溶液 0.1 ~~mL~~ mLを添加し、更にピリジンを加えて正確に10 ~~mL~~ mLとし、以下検液の場合調製と同様に操作して標準液とする。検液と4濃度の標準液をそれぞれ1 ~~µL~~ µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。内標準法により、検量線からプロピレングリコールの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製の細管 フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25µmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°Cで5分間保持し、~~その後~~、毎分20°Cで250°Cまで昇温し、250°Cに到達後、~~を~~ 5分間保持する。

注入口温度 230°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 プロピレングリコールの誘導体のピークが約8分後に現れるように調整する

水分 4.0%以下 (0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 2.0%以下

しらこたん白抽出物

Milt Protein

しらこたん白

しらこ分解物

プロタミン

定義 本品は、アイナメ (*Hexagrammos otakii* Jordan et Starks), カラフトマス (*Oncorhynchus gorbuscha* (Walbaum)), シロザケ (*Oncorhynchus keta* (Walbaum)), ベニザケ (*Oncorhynchus nerka* (Walbaum)), カツオ (*Katsuwonus pelamis* (Linnaeus)) 又はニシン (*Clupea pallasii* Valenciennes) の精巢から得られた、塩基性タンパク質を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、プロタミンとして50%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末で、わずかに特有の味がある。

確認試験 (1) 本品 1 mg を水 ~~2 mL~~ に溶かし、~~α-ナフトール~~ 1-ナフトール 0.1 g をエタノール (95) 溶液 (7→10) 100 ml に溶かした液 5 滴及び次亜塩素酸ナトリウム試液 5 滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水 ~~1 mL~~ を加え加温して溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 滴及び硫酸銅 (II) 五水和物 溶液 (1→7) 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無～淡黄色、混濁 (0.5 g, 水 ~~50 mL~~, 5 分間かき混ぜる)

(2) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃ として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 7.0%以下 (100°C, 3 時間)

灰分 15.0%以下

定量法 本品約 0.1～0.15 g を精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。次式により含量を求める。

0.05 mol/L 硫酸 ~~1 mL~~ = 1.401 mg N

窒素量 (mg) × 3.19

プロタミンの含量 (%) = $\frac{\text{窒素量 (mg)} \times 3.19}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$ (%)

シリコーン樹脂

Silicone Resin

ポリジメチルシロキサン

性状 本品は、無～淡灰色で、透明若しくは半透明の粘稠な液体又はペースト状の物質で、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液膜法により測定し、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) 屈折率 抽出シリコーン油の屈折率 $n_D^{25} = 1.400 \sim 1.410$

~~本品 15 g を量り、ソックスレー抽出器に入れ、四塩化炭素 150 mL で 3 時間抽出し、抽出液を水浴上で蒸発し、検液とし、本品 20 g を量り、ヘキサン 100 mL を加えて毎分約 200 回の往復振とうで 3 時間振とうした後、毎分 10000 回転で 30 分間遠心分離する。上澄液をとり、沈殿物にヘキサン 50 mL を加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離する。上澄液を合わせ、減圧下、50～60°C の水浴中で加温してヘキサンを留去し、105°C で 1 時間乾燥したものを検液とし、屈折率を測定する。~~

比重 $d_{20}^{20} = 0.96 \sim 1.02$

~~(2) 動粘度~~ 抽出シリコーン油の動粘度 100～1,100 mm²/s

~~(1) 屈折率~~ の検液の 25°C における動粘度を測定する。

~~(3) 比重 0.96～1.02~~

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

~~(4)(2) 二酸化ケイ素 15.0%以下~~

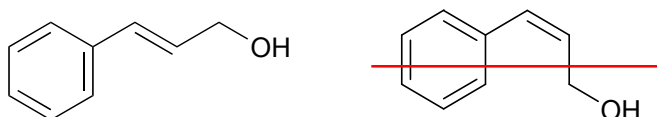
~~(1) で抽出した後の残留物を約 100°C 本品約 2 g を精密に量り、あらかじめ質量を精密に量ったフ~~

ッ素樹脂製遠心管に入れ、10w/v% *n*-ドデシルベンゼンスルホン酸・ヘキサン溶液 10mL を加えて、毎分約 200 回の往復振とうで 5 時間振とうした後、毎分 10000 回転で 20 分間遠心分離し、上澄液を除去する。沈殿物にヘキサン 10mL を加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離し、上澄液を除去する操作を 3 回繰り返す。沈殿物の入った遠心管を 105°C で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

シンナミルアルコール

Cinnamyl Alcohol

ケイ皮アルコール



$C_9H_{10}O$

分子量 134.18

(2E)-3-Phenylprop-2-en-1-ol [~~104-54-14407-36-7~~]

含量 本品は、シンナミルアルコール ($C_9H_{10}O$) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～淡黄色の結晶塊で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

~~本品 0.2 g に過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5 mL 及び硫酸 (1→25) 1 mL を加えるとき、シンナムアルデヒドのにおいを発する。~~

融点 30°C以上

~~純度試験 (1) 凝固点 31°C以上~~

~~(2) 溶状 澄明~~

~~本品 1.0 g を量り、50 vol% エタノール 3.0 mL を加え、35°C に加温して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~(4) シンナムアルデヒド シンナムアルデヒド ($C_9H_8O=132.16$) として 1.5% 以下~~

~~本品約 5 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 1 法の試験を行う。ただし、放置時間は、15 分間とする。~~

定量法 ~~香料試験法中のアルコール類含量の第 2 法により定量する。ただし、試料の採取量は、0.5 g とする。~~

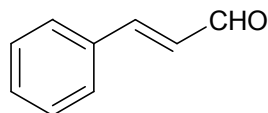
~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 mL = 67.09 mg $C_9H_{10}O$~~

本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (4) により定量する。

シンナムアルデヒド

Cinnamaldehyde

ケイ皮アルデヒド



C_9H_8O

分子量 132.16

(2E)-3-Phenylprop-2-enal [14371-10-9]

含量 本品は、シナムアルデヒド (C_9H_8O) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、シナモンようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、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。

屈折率 $n_D^{20}=1.619\sim1.625$

比重 $d_{25}^{25}=1.046\sim1.053$

純度試験 (1) ~~屈折率 $n_D^{20}=1.619\sim1.625$~~

~~(2) 比重 1.051～1.056~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 60vol%エタノール7.0ml)~~

~~(4) 酸価 5.0-10.0 以下 (香料試験法)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第1法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=66.08mg C_9H_8O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

水酸化カリウム

Potassium Hydroxide

カセイカリ

KOH

分子量 56.11

Potassium hydroxide [1310-58-3]

含量 本品は、水酸化カリウム (KOH) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の小球状、片状、棒状、その他の塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 50 g を量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、250 mL とし、試料液とする。試料液 5 mL を量り、水 20 mL を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム 定量法で得られる炭酸カリウム (K_2CO_3) の含量が 2.0% 以下

~~(3) 重金属 Pb として 30 µg/g 以下~~

~~(1) の試料液 5 ml を正確に量り、塩酸 (1→4) を徐々に加えて中和し、更に酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 ml に酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

(4)(3) 鉛 Pbとして ~~10.2~~ 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 5.0 g を量り, 塩酸 (2→3) を徐々に加えて中和し, 更に塩酸 (2→3) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 検液とする。比較液は鉛標準液 5.0 mL を量り, 塩酸 (2→3) 1 mL 及び水を加えて 50 mL 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。~~

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

(5)(4) 水銀 Hg として 0.10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

(1)の試料液 10 mL を正確に量り, 過マンガン酸カリウム溶液 (3→50) 1 mL 及び水約 30 mL を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸 (精製) を徐々に加えて中和し, 更に硫酸 (1→2) 5 mL を加え, 冷後, これを 検液試料液 とする。次に, 検液試料液 中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え, かつ, 二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで 塩化ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 溶液 (1→5) を加えた後, 水を加えて 100 mL とし, 検液とする。原子吸光分析装置の検水瓶に入れる。~~更に塩化第一スズ試液 10 mL を加え, 直ちに原子吸光分析装置を連結し, ダイアフラムポンプを作動させて空気を循環させ, 記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は, 別に水銀標準液 2.0 mL を量り, 過マンガン酸カリウム溶液 (3→50) 1 mL, 水 30 mL 及び検液, 試料液の調製に用いた量の精製塩酸 (精製) 及び硫酸 (1→2) 5 mL を加え, 検液の調製と同様に操作して得られた, 比較液とする。検液及び比較液につき, 原子吸光光度法 (冷蒸気方式) により試験を行う。検液及び比較液をそれぞれ, 原子吸光分析装置の検水瓶に入れ, 塩化スズ (II)・硫酸試液 10 mL を加え, 直ちに原子吸光分析装置に連結し, 密閉状態でポンプを作動させて空気を循環し, 次の操作条件で吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。~~

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7 nm

キャリアーガス 空気

(6)(5) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り, 水 5 mL を加え, 更に塩酸を徐々に加えて中和し, 検液とする。~~装置 B を用いる。~~

定量法 本品約 50 g を精密に量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし, 正確に 1,000 mL とし, 試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り, 新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加え, 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 1 mL), 中和点に達した後, 更に 1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に量って加え, 約 5 分間煮沸する。冷後, 過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し, 1 mol/L 塩酸の消費量 a mL を求める。別に試料液 25 mL を正確に量り, 共栓フラスコに入れ, 新たに煮沸し冷却した水 25 mL を加える。この液に 塩化バリウム塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 10 mL を加え, 栓をして静かに振り混ぜ, 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL), その消費量を b mL とする。

$$0.05611 \times b \times 40$$

$$\text{水酸化カリウム (KOH) の含量 } (\%) = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\text{炭酸カリウム (K}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.06910 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

水酸化カリウム液

Potassium Hydroxide Solution

カセイカリ液

含 量 本品は、表示量の 95～120%の水酸化カリウム (KOH=56.11) を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え、表示量から計算し、KOHとして 20w/v%となるように調製し、試料液とする。試料液 5 mL を量り、水 20 mL を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム 定量法で得られる水酸化カリウム (KOH) 当たりの炭酸カリウム (K₂CO₃) の含量が K₂CO₃ として KOH 当たり 2.0% 以下

~~「水酸化カリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 30 μg/g · KOH 以下~~

~~「水酸化カリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

~~(4)(3) 鉛 Pb として 10 μg/g · KOH 以下 (水酸化カリウム (KOH) 2.0 g に対応する量, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

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

~~「水酸化カリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

~~(5)(4) 水銀 Hg として 0.10 μg/g · KOH 以下~~

~~「水酸化カリウム」の純度試験(5)(4)を準用する。~~

~~(6)(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g · KOH 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。

~~「水酸化カリウム」の純度試験(6)を準用する。~~

定 量 法 水酸化カリウム (KOH) として約 5 g に対応する量の本品を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り、以下「水酸化カリウム」の定量法により測定し、次式により求める。

$$\begin{aligned} \text{水酸化カリウム (KOH) の含量 (\%)} &= \frac{0.05611 \times b \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---} \\ \text{水酸化カリウム (KOH) 当たりの炭酸カリウム (K}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} &= \frac{0.06910 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化カリウムの含量 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---} \end{aligned}$$

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

Ca(OH)₂

分子量 74.09

Calcium hydroxide [1305-62-0]

含量 本品は、水酸化カルシウム (Ca(OH)_2) 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品に3～4倍量の水を加えるとき、泥状になり、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1gに水20mL及び酢酸(1→3)6mLを加えて溶かした液は、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2.0gを量り、塩酸10mL及び水20mLを加えて溶かし、煮沸する。冷後、水を加えて200mLとし、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熱湯で洗った後、ろ紙と共に灰化し徐々に加熱して炭化した後、450～550℃で3時間強熱し、その質量を量る。

(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40µg/g以下~~

~~本品0.50gを量り、塩酸(1→4)10mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20)2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

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

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→10)30mLを加えて溶かし、1分間煮沸する。シュウ酸二水和物溶液(3→50)40mLを速やかに加え、以下「塩化カルシウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) バリウム Baとして0.030%以下

本品1.50gを量り、塩酸(1→4)15mLを加えて溶かし、水を加えて30mLとし、ろ過する。ろ液20mLを量り、検液とし、酢酸ナトリウム三水和物2g、酢酸(1→20)1mL及びクロム酸カリウム溶液(1→20)0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLを量り、水を加えて20mLとし、以下検液の場合と同様に操作して調製する液を用いる。

(6) ヒ素 As₂O₃として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に塩酸（1→4）5 ~~mL~~を加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~
定量法 本品約 2 g を精密に量り、塩酸（1→4）30 ~~mL~~を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250 ~~mL~~とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~溶液 1 ~~mL~~=3.705mg Ca(OH)

2

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

カセイソーダ

分子量 1水和物 58.01

無水物 40.00

NaOH · nH₂O (n=1 又は 0)

Sodium hydroxide monohydrate [12200-64-5]

Sodium hydroxide [1310-73-2]

定義 本品には結晶物及び無水物があり、それぞれを水酸化ナトリウム（結晶）及び水酸化ナトリウムと称する。結晶物は、水酸化ナトリウムと水酸化ナトリウム1水和物の混合物である。

含量 結晶物は、水酸化ナトリウム (NaOH) 70.0~75.0%を、無水物は、水酸化ナトリウム (NaOH) 95.0%以上を含む。

性状 結晶物は、白色の結晶性の粉末又は粒であり、無水物は、白色の小球状、片状、棒状、その他の塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→50）は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 50 g を量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 250 ~~mL~~とし、試料液とする。

試料液 5.0 ~~mL~~を量り、水 20 ~~mL~~を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム 定量法で得られる炭酸ナトリウム (Na₂CO₃) の含量が 2.0%以下

~~(3) 重金属 Pbとして 30µg/g以下~~

~~(1)の試料液 5mL を正確に量り、塩酸(1→4)を徐々に加えて中和し、更に酢酸(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 3.0mL に酢酸(1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(4) 水銀 Hgとして 0.10µg/g以下

(1)の試料液 10 ~~mL~~を正確に量り、過マンガン酸カリウム溶液(3→50) 1 ~~mL~~及び水約 30 ~~mL~~を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸塩酸(精製)を徐々に加えて中和し、更に硫酸(1→2) 5 ~~mL~~を加え、冷後、これを検液試料液とする。次に検液試料液中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え、かつ、二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→5)を加えた後、水を加えて 100 ~~mL~~とし、検液とする。原子吸光分析装置の検水瓶に入れる。更に、塩化第一スズ試液 10mL を加え、直ちに原子吸光分析装置を連結し、

~~ダイヤフラムポンプを作動させて空気を循環させ、記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は、比較液の吸光度よりも大きくない。比較液は、別に水銀標準液 2.0 mL を量り、過マンガン酸カリウム溶液（3→50） 1 mL、水 30 mL 及び検液、試料液の調製に用いた量の精製塩酸（精製）及び硫酸（1→2） 5 mL を加え、検液の調製と同様に操作して調製、比較液とする。検液及び比較液につき、原子吸光度法（冷蒸気方式）により試験を行う。検液及び比較液をそれぞれ、原子吸光分析装置の検水瓶に入れ、塩化スズ（II）・硫酸試液 10 mL を加え、直ちに原子吸光分析装置に連結し、密閉状態でポンプを作動させて空気を循環し、次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。~~

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7nm

キャリアーガス 空気

(5) ヒ素 As_{2-3} として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

定量法 本品約 50 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に ~~1,000~~ 1 mL とし、試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り、新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加え、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 プロモフェノールブルー試液 1 mL）、中和点に達した後、更に 1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に量って加え、約 5 分間煮沸する。冷後、過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、1 mol/L 塩酸の消費量 a mL を求める。別に試料液 25 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、新たに煮沸し冷却した水 25 mL を加える。この液に ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液（3→25） 10 mL を加え、栓をして静かに振り混ぜ、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL）、その消費量を b mL とする。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量 (\%)} = \frac{0.04000 \times b \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

$$\text{炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

水酸化ナトリウム液

Sodium Hydroxide Solution

カセイソーダ液

含量 本品は、表示量の 95~120% の水酸化ナトリウム (NaOH=40.00) を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→50）は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え, 表示量から計算し, NaOHとして 20w/v%となるように調製し, 試料液とする。試料液 5.0~~mL~~mLを量り, 水 20~~mL~~mLを加えて混和し, 検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム 定量法で得られる水酸化ナトリウム (NaOH) 当たりの炭酸ナトリウム (Na₂CO₃) の含量が Na₂CO₃として NaOH当たり 2.0%以下

~~「水酸化ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして 30~~μg~~μg/g・NaOH以下~~

~~「水酸化ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして 2~~μg~~μg/g・NaOH以下 (水酸化ナトリウム (NaOH) 2.0gに対応する量, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

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

(4) 水銀 Hgとして 0.10~~μg~~μg/g・NaOH以下

「水酸化ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~3~~μg~~μg/g・NaOH以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

「水酸化ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。

定量法 水酸化ナトリウム (NaOH) として約 5g に対応する量の試料を精密に量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 100~~mL~~mLとし, 試料液とする。試料液 25~~mL~~mLを正確に量り, 以下「水酸化ナトリウム」の定量法により測定し, 次式により求める。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量 (\%)} = \frac{0.04000 \times b \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) 当たりの炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化ナトリウムの含量 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

水酸化マグネシウム

Magnesium Hydroxide

Mg (OH)₂

分子量 58.32

Magnesium hydroxide [1309-42-8]

含量 本品を乾燥したものは, 水酸化マグネシウム (~~Mg~~ (OH)₂ ~~)~~ 95.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 本品 0.1g に水 10~~mL~~mLを加え, 振り混ぜた液は, アルカリ性である。

(2) 本品 1g に ~~希塩酸~~ 10%塩酸試液 20~~mL~~mLを加えて溶かした液は, マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0g を量り, ビーカーに入れ, 水 100~~mL~~mLを加え, 時計皿で覆い, 水浴中で 5分間加熱した後, 直ちにろ過する。冷後, ろ液 50~~mL~~mLを量り, メチ

費量 (~~mL~~)

c: 純度試験(3)で得られた酸化カルシウム (CaO) の量 (%)

水溶性アナトー

Annatto, Water-soluble

定義 本品は、ベニノキ (~~*Bixa orellana* Linné~~*Bixa orellana* L.) の種子の赤色被覆物から加水分解を経て作られ、その色素成分は、ノルビキシンのカリウム塩又はナトリウム塩である。

含量 本品は、ノルビキシシン ($C_{24}H_{28}O_4 = 380.48$) として表示量の ~~100~125~~95~120%を含む。

性状 本品は、赤褐～褐色の粉末、塊、液体又は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 (1) 本品 ~~0.5~~ 1 g を ~~水 20mL~~ 水 40mL を加えてに溶かし、硫酸 (1→20) ~~2mL~~ 4 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ紙上の残留物を水 ~~20mL~~ 40mL ずつで3回洗う。

(i) 残留物の一部に水酸化ナトリウム 溶液 (1→2,=500) を加えて溶かした液は、波長 452~456nm 及び 480~484nm 付近に吸収を認める。

(ii) 残留物の一部をエタノール (95) ~~10mL~~ 10mL に溶かし、その1滴をろ紙上にスポットした後、風乾する。次に ~~5%~~ 5% 亜硝酸ナトリウム 溶液 (1→20) 2~3滴、続けて ~~0.5mol/L~~ 0.5mol/L 硫酸 硫酸試液 (0.5mol/L) 2~3滴を ~~滴下~~ 滴加 するとき、ろ紙上の黄色は脱色される。

(2) (1)の残留物約 10mg を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、必要があれば遠心分離又はろ過し、アセトニトリル 25mL を加えて検液とする。検液 10μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、ノルビキシシンとして保持時間 5~10 分付近に主色素成分ピークを認める。

操作条件

検出器 可視吸光度計 (測定波長 460nm)

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

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13:7)

流量 1.0~1.5mL/分の一定量

~~本品 1 g に水 50mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に塩酸 (1→4) 2 mL を加えるとき、赤褐～黄褐色の沈殿を生じる。~~

純度試験 (1) 遊離アルカリ 本品 10 g を量り、水 ~~100mL~~ 100mL を加えて振り混ぜ、~~1mol/L~~ 1mol/L 塩酸 塩酸試液 (1mol/L) ~~8mL~~ 8 mL を加えてよくかき混ぜ、30 分間放置した後、ろ過した液は pH7.0 以下である。

~~(2) 重金属 Pb として 10μg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、試料とし、必要があれば水浴上で蒸発乾固した後、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を用いる。~~

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 3μg/g 以下 (タール色素試験法 0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4) 吸光度比 確認試験(1)の(i)と同様に操作して波長480~484nm及び452~456nmにおける極大吸収部の吸光度をそれぞれA₁及びA₂とするとき、A₂/A₁は1.11~1.25である。~~

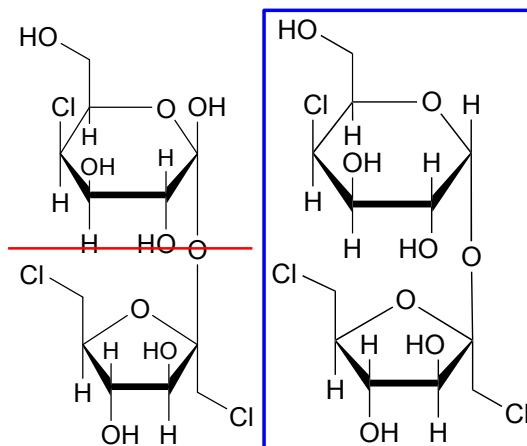
定量法 ~~本品0.1~1gを精密に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとし、よく混和する。この液1mLを正確に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとする。この液の波長454nm付近測定する吸光度が0.3~0.7の範囲になるように、本品を精密に量り、水酸化カリウム溶液(1→200)を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、水酸化カリウム溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし、検液とする。水酸化カリウム溶液(1→200)を対照とし、波長476~484nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式によりノルビキシンの含量を求める。~~

$$\text{ノルビキシンの含量 (\%)} = \frac{A}{3.4732870} \times \frac{100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

スクラロース

Sucralose

トリクロロガラクトスクロース



C₁₂H₁₉Cl₃O₈

分子量 ~~397.64~~ 397.63

1,6-Dichloro-1,6-dideoxy-β-D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy-α-D-galactopyranoside
[56038-13-2]

含量 本品を無水物換算したものは、スクラロース (C₁₂H₁₉Cl₃O₈) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白~淡灰白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

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。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$ (1g, 水, 10mL, 無水物換算)

純度試験 ~~(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$ (1.0g, 水, 10mL, 無水物換算)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして ~~1.0~~ 1μg/g以下 (10.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 10.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As₂O₃として ~~4.0~~ 3μg/g以下 (1.0g, 比較液 ヒ素標準液 6.0mL, 装置C) ~~(0.50~~

~~g, 第4法, 装置C)~~

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

~~(4)(3)~~ 他の塩化二糖類 0.5%以下

本品1.0gにメタノール10mLを加えて溶かし、検液とする。検液0.5mLを量り、メタノールを加えて100mLとし、対照液とする。検液及び対照液5μLにつき、塩化ナトリウム溶液(1→20)／アセトニトリル混液(7:3)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、溶媒を除き、15%硫酸・メタノール試液を噴霧した後、125℃で10分間加熱するとき、検液は、対照液と同位置以外にスポットを認めないか又は他のスポットを認める場合であっても、対照液のスポットよりも濃くない。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担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

~~(5)(4)~~ 塩化単糖類 果糖D(-)-フルクトースとして0.16%以下

本品2.5gを量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、検液とする。別にD-マンニトールD(-)-マンニトール10.0gを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、対照液(A)とする。また、D-マンニトールD(-)-マンニトール10.0g及び果糖D(-)-フルクトース0.040g40mgを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、対照液(B)とする。検液、対照液(A)及び対照液(B)を、厚さ0.25mmのシリカゲル薄層板に、それぞれ1μLずつ付け、風乾する。この操作を更に4回繰り返す。この薄層板にp-アニシジン・フタル酸試液を噴霧後、98～102℃で約10分間加熱して呈色させるとき、検液のスポットは、対照液(B)のスポットよりも濃くない。なお、試験に供した対照液(A)に、スポットが現れた場合は、再度薄層板を製作し、同様の操作を繰り返す。

~~(6)(5)~~ トリフェニルホスフィンオキシド 0.015%以下

本品約0.1gを精密に量り、アセトニトリル／水混液(67:33)に溶かして正確に10mLとし、検液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド0.100gを正確に量り、アセトニトリル／水混液(67:33)に溶かして正確に10mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトニトリル／水混液(67:33)を加えて正確に100mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、アセトニトリル／水混液(67:33)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25μL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。検液及び標準液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積 A_T 及び A_S を求め、次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量を求める。

$$\text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP) の量 (\%)} \\ = \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_T}{A_S} \times \text{---(\%)\text{---}}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 220nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/水混液 (67 : 33)

流量 1.5 ~~mL~~ mL / 分

~~(7)~~ (6) メタノール 0.10%以下

本品約 ~~2.0~~ 2 g を精密に量り, 水を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とし, 混和し, 検液とする。別にメタノール 2.0 g を ~~正確に~~ 量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 混和する。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 混和し, 比較液とする。検液及び比較液を 1 ~~μL~~ μL ずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び比較液のメタノールのピーク面積 A_T 及び A_S を求め, 次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{2.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ ~~(\%)~~}$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん~~てん~~ 填充剤 150~180 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 2~4 mm, 長さ約 2 m のガラス管

カラム温度 140~160°C の一定温度

~~カラム入口~~ 注入口温度 200°C

キャリア~~ア~~ガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールのピークが約 4 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.7%以下

水分 2.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 10 ~~mL~~ mL を加え, 還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸する。冷後, ~~希硝酸~~ 10%硝酸試液 で中和し, 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極には銀電極, 参照電極には銀-塩化銀電極を用い, ~~0.1 mol/L 硝酸銀溶液~~ で滴定する。別に空試験を行い補正し, 更に無水物換算を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 ~~mL~~ mL = 13.25 mg $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

定義 本品は, 主としてステアリン酸及びパルミチン酸のカルシウム塩である。

含量 本品を乾燥物換算したものは, カルシウム (Ca=40.08) 6.4~7.1%を含む。

性状 本品は, 白色の軽くてかさ高い粉末で, 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 3.0 g に塩酸 (1→2) 20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層はカルシウム塩の反応(1)を呈する。

(2) (1)のジエチルエーテル層を分取し、~~希塩酸~~10%塩酸試液 20 mL, 10 mL, 次に水 20 mL を用いて順次洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去するとき、残留物の融点は 54°C 以上である。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL, 鉛標準液 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

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

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ に塩酸 (1→2) 5 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置して水層を分取し、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

(3) 遊離脂肪酸 ステアリン酸として 3.0% 以下

本品約 2 g を精密に量り、100 mL の三角フラスコに入れ、アセトン 50 mL を加え、冷却管を付けて水浴中で 10 分間加熱し、冷却する。定量分析用ろ紙 (5 種 C) を二重に重ねてその内容物をろ過し、フラスコ、残留物及びろ紙をアセトン 50 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。フェノールフタレイン試液 2~3 滴と水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。アセトン 100 mL と水 5 mL の混液を用いて空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 28.45 mg $C_{18}H_{36}O_2$

乾燥減量 4.0% 以下 (105°C, 3 時間)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、ろつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、電気炉に入れ、700°C で 3 時間加熱して完全に灰化する。冷後、残留物に~~希塩酸~~10%塩酸試液 10 mL を加え、水浴上で 10 分間加温した後、温湯 10 mL, 10 mL 及び 5 mL を用いてフラスコに移し入れ、液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加え、更に 0.05 mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 25 mL, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 10 mL, エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルイエロー試液 5 滴を加えた後、直ちに過量の EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が消え、赤色を呈するときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05 mol/L ~~EDTA~~ EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 2.004 mg Ca

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

定義 本品は、主としてステアリン酸及びパルミチン酸のマグネシウム塩である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、マグネシウム (Mg=24.31) 4.0~5.0% を含む。

性状 本品は、白色の軽くてかさ高い粉末で、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 5.0 g を丸底フラスコにとり、過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL、希硝酸 10% 硝酸試液 20 mL 及び水 20 mL を加え、還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液漏斗に移し、振り混ぜた後、放置して水層を分取する。ジエチルエーテル層は水 4 mL で 2 回抽出し、抽出液を先の水層に合わせる。この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15 mL で洗った後、水を加えて正確に 50 mL とした後、振り混ぜて検液とする。この液はマグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 純度試験(5)において、検液及び標準液につき、ガスクロマトグラフィーを行うとき、検液は、ステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間にピークを認める。

純度試験 (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し、冷後、ろ過する。このろ液 10 mL にプロモチモールブルー試液 ~~0.05~~ 50 µL を加える。この液に 0.1 mol/L 塩酸又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液溶液 ~~0.05~~ 50 µL を正確に加えるとき、液の色は変わる。

(2) 塩化物 Cl として 0.10% 以下

確認試験(1)で得た検液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.02 mol/L 塩酸 1.40 mL を用いる。

(3) 硫酸塩 SO₄ として 1.0% 以下

確認試験(1)で得た検液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 硫酸 10.2 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g をとり、初めは弱く加熱し、次に約 500 ± 25°C で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ステアリン酸・パルミチン酸含量比

本品 0.10 g を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘプタン 4.0 mL を加え、約 10 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層を、あらかじめヘプタンで洗った約 0.1 g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1.0 mL を 10 mL のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて 10 mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸及びパルミチン酸それぞれ ~~0.050 g~~ 50 mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、以下、検液の調製と同様に操作し、それぞれ、ステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの標準液とする。検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ロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A_A、パルミチン酸メチルのピーク面積 A_B 及び得られた全ての脂肪酸エステル_Tのピーク面積 A_T (検出した全てのピーク面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率 (%) 及びステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率 (%) を求める。

$$\text{ステアリン酸の比率 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100 \text{ (\%)} -$$

$$\text{ステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率 (\%)} = \frac{A_A + A_B}{A_T} \times 100 \text{ (\%)} -$$

ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は、得られた全ての脂肪酸エステルピークの合計面積の、それぞれ40%以上及び90%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後ろからステアリン酸メチルの保持時間の約1.5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 内径約0.32mm、長さ約30mの~~ケイ酸ガラス製の細管~~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ポリエチレングリコール15,000-ジエポキシドを0.5µmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 70℃で約2分間保持し、~~その後、~~毎分5℃で240℃まで昇温し、240℃に到達後、~~を~~5分間保持する。

注入口温度 220℃付近の一定温度

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ステアリン酸メチルのピークが約32分後に現れるように流量を調整する。

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

定量法 本品約0.5gを精密に量り、~~無水エタノール~~エタノール(99.5)/1-ブタノール混液(1:1) 50mL、アンモニア水(28) 5mL及び~~塩化アンモニウム緩衝液(pH10)~~アンモニウム緩衝液(pH10.0) 3mLを加える。この液に0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 30.0mLを正確に量って加え、振り混ぜる。この液が澄明となるまで45~50℃で加熱し、冷後、0.1mol/L 硫酸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1~2滴)。終点は、液の青色が赤紫色になるときとする。別に空試験を行~~い~~補正する。

0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 2.431mg Mg

ステアロイル乳酸カルシウム

Calcium Stearoyl Lactylate

ステアリル乳酸カルシウム

[5793-94-2]

定義 本品は、ステアロイル乳酸類のカルシウム塩を主成分とし、これとその関連酸類及びそれらのカルシウム塩との混合物である。

性状 本品は、白~帯黄色の粉末又は固体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品1gを500℃で1時間強熱して得た残留物に塩酸(1→4) 5mLを加えて溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

- (2) 本品 2 g に塩酸 (1→4) 10 mL を加え、よくかき混ぜ、水浴中で加熱し、熱時ろ過する。ろ紙上の残留物に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 30 mL を加え、かき混ぜながら 95℃ 以上の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 20 mL を加え、ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で水洗した後、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを蒸発させて除き、残留物の融点を測定するとき、54～69℃ である。
- (3) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 酸価 50～86

本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、エタノール (95) / ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 20 mL を加えて溶かし、検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、終点は、20 秒間紅赤色の持続するときとする。

- (2) エステル価 125～164 (油脂類試験法) ただし、酸価は、純度試験 (1) の測定値を用いる。けん化価は、本品約 1 g を精密に量り、試料とし、油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。けん化価の試験においては、エタノール製水酸化カリウム試液を加える際に生じる析出物が器壁に固着しないように注意し、滴定は、熱時行うものとする。
- (3) 総乳酸 乳酸 (C₃H₆O₃) として 32～38%

本品約 0.2 g を精密に量り、100 mL のフラスコに入れ、エタノール製水酸化カリウム試液 3.5 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL 及び水 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 45 分間加熱する。フラスコ及び冷却器を水 40 mL で洗い、洗液をフラスコに加え、液量が 3 分の 1 以下になるまで加熱する。これに硫酸 (1→2) 6 mL を加えて混和し、更に石油エーテル 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、全量を分液漏斗に移し、放置して二層に分離させる。水層を 100 mL のメスフラスコに移し、石油エーテル層は、水 20 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、更に水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。検液 1 mL を正確に量り、共栓試験管に入れ、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→8) 1 滴を加えて混和する。これに硫酸 9 mL を速やかに加え、緩く栓をして 90℃ の水浴中で正確に 5 分間加熱した後、直ちに氷水中で 20℃ まで冷却する。次にパラフェニルフェノール試液 p-フェニルフェノール試液 0.2 mL を加えてよく振り混ぜ、30℃ の水浴中で 30 分間保つ。この間内容を 2～3 回振り混ぜる。次に 90℃ の水浴中で正確に 90 秒間加熱し、直ちに氷水中で室温まで冷却し、30 分間放置した後、波長 570nm における吸光度を測定する。対照液には、検液の代わりに水 1.0 mL を用い、検液と同様に操作して調製した液を用いる。

別に乳酸リチウム標準液 5 mL, 7 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれ共栓試験管に入れ、検液の場合と同様に操作してそれぞれの吸光度を測定し、検量線を作成する。

この検量線と検液の吸光度から検液中の乳酸の量 (mg) を求め、次式により総乳酸 (C₃H₆O₃) の量を求める。

$$\text{総乳酸 (C}_3\text{H}_6\text{O}_3\text{) の量 (\%)} = \frac{\text{検液中の乳酸の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10} \times 100 (\%)$$

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\text{--}3\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)
強熱残分 14.3~17.7% (800°C)

ステアロイル乳酸ナトリウム
Sodium Stearoyl Lactylate

[25383-99-7]

定義 本品は、ステアロイル乳酸類のナトリウム塩を主成分とし、これとその関連酸類及びそれらのナトリウム塩との混合物である。

性状 本品は、白~微黄色の粉末又はもろい固体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 2 g に塩酸 (1→4) 10 mL を加え、水浴中で5分間加熱し、ろ過する。このろ液は、炎色反応で黄色を呈する。また、このろ液を中和し、ピロアンチモン酸水素カリウムヘキサヒドロキソアンチモン(V) 酸カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) (1)のろ過の残留物に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 30 mL を加え、かき混ぜながら 95°C 以上の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 20 mL を加え、ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを蒸発させて除き、残留物の融点を測定するとき、54~69°C である。

(3) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 酸価 60~130

本品約 1 g を精密に量り、中和エタノールエタノール (中和) 25 mL を加えて、加温して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 5 滴を加えて、速やかに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で淡紅赤色が 30 秒間持続するまで滴定し、次式により酸価を求める。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL) \times 5.611

酸価 = $\frac{\text{消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$

試料の採取量 (g)

(2) エステル価 90~190 (油脂類試験法) ただし、酸価は、純度試験(1)の測定値を用いる。けん化価は、本品約 1 g を精密に量り、試料とし、油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。けん化価の試験においては、エタノール製水酸化カリウム試液を加える際に生じる析出物が器壁に固着しないように注意し、滴定は、熱時行うものとする。

(3) 総乳酸 乳酸 ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$) として 15~40%

「ステアロイル乳酸カルシウム」の純度試験(3)を準用する。ただし、乳酸リチウム標準液の採取量は 1 mL, 2 mL, 5 mL 及び 10 mL とする。

(4) ナトリウム Na として 2.5~5.0%

本品約 0.25 g を精密に量り、ビーカーに入れ、エタノール (95) 10 mL を加えて加温して溶かす。この液を 25 mL のメスフラスコに移し、ビーカーをエタノール (95) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、エタノール (95) を加えて正確に 25 mL とし、十分かくはんする。この液 1 mL を正確に量り、あらかじめ酸化ランタン試液 10 mL を入れた 100 mL のメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 100 mL とした後、定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 1.271 g を正確に量り、

水を加えて溶かして正確に 500~~mL~~ mL とする。この液 10~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~ mL とし、標準原液とする。標準原液 2~~mL~~ mL、4~~mL~~ mL 及び 6~~mL~~ mL をそれぞれ正確に量り、酸化ランタン試液 10~~mL~~ mL 及び水を加えてそれぞれ正確に 100~~mL~~ mL とし、標準液とする。標準液は用時調製する。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のナトリウム濃度を求め、次式によりナトリウムの含量を求める。

$$\text{ナトリウム (Na) の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のナトリウム濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL})}{\text{試料の採取量 (g)} \times 4} \times 100 (\%)$$

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

- (5) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 ~~1~~ 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレイム方式)
- (6) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

ステビア抽出物

Stevia Extract

ステビアエキス

~~ステビオサイド~~

~~ステビオシド~~

~~レバウジオシド~~

~~レバウディオサイド~~

定義 本品は、ステビア (~~Stevia rebaudiana Bertoni~~ Stevia rebaudiana (Bertoni) Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体 4種 (ステビオシド, レバウジオシド A, レバウジオシド C 及びズルコシド A) の合計量として 80.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においがいいか又はわずかに ~~特有の~~ 特異な においがあり、強い甘味がある。

確認試験 ~~本品 0.5 g を水 100mL に溶かし、検液とする。定量用ステビオシド及びレバウジオシド A のそれぞれ 5 mg を水 10mL に溶かし、標準液とする。定量法の~~ 検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステビオシド及びレバウジオシド A の 両方あるいは一方のいずれかの ピークの保持時間と一致する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 1 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~5.0~~ 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレイム方式)

(2) ヒ素 As_2O_3 として ~~2.0~~ 1 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~4.0~~ 1.5 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 ~~本品 0.06~0.12 g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4 : 1) に溶かして正確に 100 mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4 : 1) に溶かして正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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う。検液のステビオシドのピーク面積 A_a 、レバウジオシド A のピーク面積 A_c 、レバウジオシド A の保持時間を 1.0 としたとき、相対保持時間 0.25~0.40 に溶出するピーク (ズルコシド A) の面積 A_b 、0.63~0.80 に溶出するピーク (レバウジオシド C) の面積 A_d 、及び標準液のステビオシドのピーク面積 A_s を測定し、次式によりステビオール配糖体の含量を求める。ただし、 A_b 及び A_d については、規定の相対保持時間内に 2 つのピークを認める場合は、先に溶出するピークの面積を用いることとする。~~

~~ステビオシドの含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × (A_a / A_s) × 100 (%)~~

~~ズルコシド A の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A_b × 0.98) / A_s) × 100 (%)~~

~~レバウジオシド A の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A_c × 1.20) / A_s) × 100 (%)~~

~~レバウジオシド C の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A_d × 1.18) / A_s) × 100 (%)~~

本品約 50mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシド A を乾燥し、約 50mg ずつを精密に量り、それぞれ水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、標準液とする。検液、標準液及びステビオール配糖体 4 種混合液をそれぞれ 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。標準液のステビオシド及びレバウジオシド A のピーク面積 A_{s1} 及び A_{s2} 、並びに検液のステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A の各ピーク面積 A_x を測定し、以下の式によりステビオール配糖体 4 種の含量を求める。ただし、検液中の各ステビオール配糖体は、ステビオール配糖体 4 種混合液中の各ステビオール配糖体の保持時間と一致することにより確認する。また、各ステビオール配糖体の定量用の係数 f_x は、1.00 (ステビオシド)、1.18 (レバウジオシド C) 及び 0.98 (ズルコシド A) とする。

各ステビオール配糖体 (レバウジオシド A を除く) の含量 (%) =

$$\frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (mg)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_x \times f_x}{A_{s1}} \times 100$$

レバウジオシド A の含量 (%) =

$$\frac{\text{定量用レバウジオシド A の採取量 (mg)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_x}{A_{s2}} \times 100$$

ステビオール配糖体4種の含量 (%)

=ステビオシドの含量 (%) +レバウジオシドAの含量 (%) +レバウジオシドCの含量 (%)
+ズルコシドAの含量 (%)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用 ~~アミノ基結合型シリカゲル~~ 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 ~~15~~25cm 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 (4 : 1)~~ リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH2.6) /アセトニトリル混液 (17 : 8)

流量 ~~レバウジオシドAの保持時間が約21分になるように調整する。~~ 1.0 mL/分

カラム選定

定量用ステビオシド標準液と定量用レバウジオシドA標準液を1 : 1の割合で混合した液を用い、上記の操作条件で試験するとき、ステビオシド及びレバウジオシドAが分離するものを用いる。

ステビオール配糖体

Steviol Glycosides

ステビオシド

レバウジオシド

定 義 本品は、ステビア (*Stevia rebaudiana* (Bertoni) Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体4種 (ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA) の合計量として80.0%以上を含み、かつ、ステビオール配糖体9種 (ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールビオシド) の合計量として95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末、薄片又は結晶で、においがないか又はわずかに特異なおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 「ステビア抽出物」の確認試験を準用する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして1 μg/g以下 (4.0 g, 第1法, 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして1 μg/g以下 (1.5 g, 第3法 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定 量 法 本品約 50mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシドAを乾燥し、約 50mg ずつを精密に量り、それぞれ水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、標準液と

する。検液、標準液及びステビオール配糖体9種混合液をそれぞれ10 μ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。標準液のステビオシド及びレバウジオシドAのピーク面積 A_{s1} 及び A_{s2} 、並びに検液のステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシドの各ピーク面積 A_x を測定し、「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体4種の含量を求め、更に、以下の式によりステビオール配糖体9種の含量を求める。ただし、検液中の各ステビオール配糖体は、ステビオール配糖体9種混合液中の各ステビオール配糖体の保持時間と一致することにより確認する。また、各ステビオール配糖体の定量用の係数 f_x は、1.00（レバウジオシドB）

1.40（レバウジオシドD）、1.16（レバウジオシドF）、0.80（ルブソシド、ステビオールピオシド）とする。

ステビオール配糖体9種の含量（%）

$$= \frac{\text{ステビオシドの含量（\%）} + \text{レバウジオシドAの含量（\%）} + \text{レバウジオシドBの含量（\%）} + \text{レバウジオシドCの含量（\%）} + \text{レバウジオシドDの含量（\%）} + \text{レバウジオシドFの含量（\%）} + \text{ズルコシドAの含量（\%）} + \text{ルブソシドの含量（\%）} + \text{ステビオールピオシドの含量（\%）}}{1.00 + 1.40 + 1.16 + 0.80}$$

スピルリナ色素

Spirulina Color

スピルリナ青色素

定義 本品は、スピルリナ（~~*Spirulina platensis* Geitler~~ *Arthrospira platensis* (*Spirulina platensis*)) の全藻から得られた、フィコシアニン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 ($E_{1cm}^{10\%}$) は25以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は、青色の粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価25に換算して0.4gに相当する量をとり量り、クエン酸緩衝液 (pH6.0) 100~~mL~~mLに溶かした液は、青色を呈し、赤色の蛍光を発する。

(2) (1)の溶液を、90°Cで30分間加熱するとき、蛍光は消える。

(3) (1)の溶液5~~mL~~mLに微粉末にした硫酸アンモニウム3.3gを少量ずつ加えて溶かし、~~静置~~放置するとき、青色の不溶物を生じる。

(4) (1)の溶液5~~mL~~mLに塩化鉄(III)試液1~~mL~~mLを加えて20分間放置するとき、青緑~暗紫色に変わる。

(5) (1)の溶液5~~mL~~mLに次亜塩素酸ナトリウム試液0.1~~mL~~mLを加えるとき、液の色は淡黄色に変わる。

(6) 本品をクエン酸緩衝液 (pH6.0) に溶かした液は、波長610~630nmに極大吸収部がある。

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

~~(2)(1) 鉛 Pbとして8.0 μ g/g以下 (1.25 μ g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 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 (pH6.0)

測定波長 波長 610~630nmの極大吸収部

精製カラギナン

Purified Carrageenan

Refined Carrageenan

定義 本品は、カラギナン (イバラノリ属 (*Hypnea* 属), キリンサイ属 (*Eucheuma* 属), ギンナンソウ属 (*Iridaea* 属), スギノリ属 (*Gigartina* 属) 又はツノマタ属 (*Chondrus* 属) の藻類の全藻から得られた, ι -カラギナン, κ -カラギナン及び λ -カラギナンを主成分とするものをいう。) の一つである。ショ糖, ブドウ糖, マルトース, 乳糖又はデキストリンを含むことがある。

性状 本品は, 白~淡褐色の粉末又は粒で, においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 「加工ユーケマ藻類」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 0.1 g を水 20 ~~mL~~ mL に加えて ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 3 ~~mL~~ mL 及び塩酸 (1→5) 5 ~~mL~~ mL を加えてよく混和し, 必要があれば沈殿を除き, この液を 5 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** 5.0 mPa · s 以上「加工ユーケマ藻類」の ~~純度試験 (1) 粘~~ 度 を準用する。

純度試験 (1) (2) 硫酸基 15~40%

本品約 8 g を精密に量り, 60 vol% 2-プロパノール 400 ~~mL~~ mL 中に分散する。穏やかに 4 時間かき混ぜ, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。ろ紙上の残留物を 60 vol% 2-プロパノール 10 ~~mL~~ mL で 2 回, 2-プロパノール 10 ~~mL~~ mL で 2 回洗浄し, 105°C で恒量になるまで乾燥し, 試料とする。得られた試料約 1 g を精密に量り, 100 ~~mL~~ mL のケルダールフラスコに入れる。塩酸 (1→10) 50 ~~mL~~ mL を加えて還流冷却管を付け, 1 時間煮沸する。10 vol% 過酸化水素 ~~溶液~~ 25 ~~mL~~ mL を加え, 更に 5 時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し, ろ液を 500 ~~mL~~ mL ビーカーに移し, 煮沸しながら ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 10 ~~mL~~ mL を徐々に加える。水浴中で 2 時間加熱し, 冷後, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し, 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洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙と共に乾燥し, 磁製のつぼに入れ, 内容物が白く灰化するまで焼いた後, 硫酸バリウムとして秤量し, 次式により硫酸基 (SO₄) の量を求める。

硫酸バリウムの量 (g) × 0.4116

$$\text{硫酸基 (SO}_4\text{) の量 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.4116}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

~~(3) (2)~~ 酸不溶物 2.0% 以下

純度試験 ~~(2) (1)~~ (1) で得られた試料約 2 g を精密に量り, 以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(5) (4)~~ (4) を準用する。

~~(4) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(5) (3)~~ 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 μ g/g 以下 (~~2.00~~ 0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

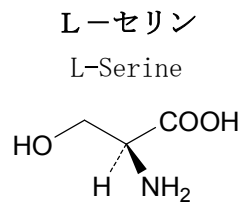
~~(7)~~(5) 2-プロパノールとメタノール 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(9)~~(7)を準用する。

乾燥減量 12.0%以下 (105°C, 4時間)

灰分 15.0~40.0% (純度試験 ~~(2)~~(1)で得られた試料 2.0 g)

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき, 本品 1 gにつき, ~~細菌数は 10,000 以下~~生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 1 gをリン酸緩衝液, 0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 1 gをラウリル硫酸ブイオン培地 200mLと混合して均一に分散させ, 35±1°Cで48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 1 gを乳糖ブイオン培地 200mLと混合して均一に分散させ, 35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし, この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。



$C_3H_7NO_3$

分子量 105.09

(2S)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid [56-45-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-セリン ($C_3H_7NO_3$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがなく, 味はわずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) ~~5 mL~~5 mLにニンヒドリン溶液 (1→50) ~~1 mL~~1 mLを加え水中で3分間加熱するとき, 青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) ~~10 mL~~10 mLに~~過ヨウ素酸~~オルト過ヨウ素酸 0.2 gを加えて加熱するとき, ホルマリンのにおいを発する。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~ $[\alpha]_D^{20} = +13.5 \sim +16.0^\circ$ (10 g, 塩酸試液 (2 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

~~本品約 10 gを精密に量り, 2 mol/L塩酸を加えて溶かし, 正確に 100 mLとし, 旋光度を測定し, 更に乾燥物換算を行う。~~

pH 5.2~6.2 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) (2)~~ 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 ~~20 mL~~20 mL)

~~(3) 液性 pH5.2~6.2 (1.0 g, 水 10 mL)~~

~~(4) (2)~~ 塩化物 Clとして 0.1%以下 (~~0.07 g~~70mg, 比較液 0.01 mol/L塩酸 0.20 ~~mL~~mL)

~~(5) 重金属 Pbとして 20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pbとして 2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(4) ヒ素 As_2O_3 として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 ~~1 mL~~ = 10.51mg $C_3H_7NO_3$

セルラーゼ

Cellulase

繊維素分解酵素

定義 本品は, 担子菌 (*Corticium* 属, *Irpex* 属, *Pycnoporus coccineus* に限る。), 糸状菌 (*Acremonium cellulolyticus*, *Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Humicola insolens*, *Penicillium funiculosum*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma insolens*, *Trichoderma koningii*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride* に限る。), 放線菌 (*Actinomyces* 属, *Streptomyces* 属に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus circulans*, *Bacillus subtilis* に限る。) の培養物より得られたセルロースを加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は, 白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で, においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は, セルラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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, 生菌数は 50000 以下である。

また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

セルラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 基質, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法

本品 0.50 g を量り, 水, pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L), pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は, pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたもの, 又は, これを更に水, 又は同緩衝液を用いて 10 倍, 100 倍, 若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

カルボキシメチルセルロースナトリウム 0.67 g を量り, 水 50mL を加えて加温して溶かし, 冷後, pH4.2 の酢酸緩衝液 (1mol/L), pH4.5 の酢酸緩衝液 (1mol/L) 又は pH5.0 の酢酸緩衝

液（1 mol/L）10 mL を加え、水を加えて 100 mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 4 mL を量り、37°C で 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し、ソモギー試液（I）2 mL を加えて混和し、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、この液にネルソン試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、水酸化ナトリウム試液（0.5 mol/L）3 mL を加え振り混ぜて沈殿を溶かして 20 分間放置した後、pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）を加えて 25 mL とし、この液 1 mL を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）9 mL を加えて混和し、検液とする。別に試料液 1 mL を量り、ソモギー試液（I）2 mL を加えて振り混ぜた後、基質溶液 4 mL を加え混和し、水浴中で 30 分間加熱する、冷後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 750 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第2法

本品 0.50 g を量り、水又は pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 50 mL としたものを、又は、これを更に水、又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

約 1 × 6 cm に切り出したろ紙片 50 mg を基質ろ紙片とする。

試験管に pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）1 mL を量り、試料液 0.5 mL を加え混和し、基質ろ紙片 1 枚を加えてかくはんして試験管内で液中に完全に浸し、50°C で 60 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3 mL を加え直ちにかくはんし、水浴中で 5 分間加熱した後、冷後、水 16 mL を加えて混和し、検液とする。別に試験管に試料液 0.5 mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3 mL 及び pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）1 mL を加えて直ちに混和した後、水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 16 mL を加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

第3法

本品 0.50 g を量り、水、pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）又は pH5.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 50 mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

カルボキシメチルセルロースナトリウムを基質とする場合は、カルボキシメチルセルロースナトリウム 10.0 g を量り、水 800 mL にかき混ぜながら徐々に加えて溶かし、酢酸試液（1 mol/L）100 mL を加えた後、水酸化ナトリウム試液（0.1 mol/L）を加え pH4.0 又は pH4.5 に調整し、水を加えて 1000 mL としたものを基質溶液とする。

カルボキシメチルセルロースを基質とする場合は、カルボキシメチルセルロース 0.75 g を量り、水 45 mL にかき混ぜながら徐々に加えて溶かし、pH5.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）5 mL を加えて 50 mL としたものを基質溶液とする。

試験管に試料液 1 mL を量り、40°C で 5 分間加温し、同温度で 5 分間加温した基質溶液 1 mL を加えて直ちによく振り混ぜる。この液を 40°C で 10 分間又は 30 分間加温した後、3, 5-ジニトロ

サリチル酸・ラクトース試液又は3, 5-ジニトロサリチル酸試液4 mLを加えて混和し, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し, 冷後, 検液とする。別に試験管に試料液1 mLを量り, 3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液又は3, 5-ジニトロサリチル酸試液4 mLを加えて振り混ぜた後, 基質溶液1 mLを加えてよく振り混ぜ, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し, 冷後, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長540nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお, 吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は, 遠心分離を行い, その上澄液について測定する。

第4法

本品1.0 gを量り, 水又はpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの, 又は, これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

85°Cで加温したpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)約700mLに, カルボキシメチルセルロース35 gをかくはんしながら徐々に加え, 85°Cで30分間加温し, かくはんしながら放冷する。この液にpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加え950mLとした後, 塩酸試液(2mol/L)又は水酸化ナトリウム試液(2mol/L)を加えてpH6.0に調整し, pH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加えて1000mLとし, カルボキシメチルセルロースを完全に溶解させたものを基質溶液とする。用時調製する。なお, 使用前に気泡がないことを確認する。

試験管に試料液0.5mLを量り, あらかじめ25°Cで加温した基質溶液4 mLを加え, 25~30秒間かくはんした後, 40°Cで30分間加温し, 検液とする。別に試料液の代わりにpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を用いて検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液の入った試験管を振動式粘度計にそれぞれ設置し, 振動している検出端子を試験管の中央に位置させた状態で20秒間経過した時点での値を読み取るとき, 検液の値は比較液の値より小さい。

第5法

本品1.0 gを量り, 水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの, 又は, これを更に水を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

結晶セルロース2.0 g及びD (+) -グルコース40mgを量り, 水を加えてよくかき混ぜ100mLとしたものを基質懸濁液とする。用時懸濁する。

L字型試験管に基質懸濁液2.5mLを量り, pH4.5の酢酸緩衝液(0.05mol/L)2 mLを加え, 振とうしながら50°Cで10分間加温する。この液に試料液0.5mLを加え, 振とうしながら50°Cで30分間加温した後, 水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)0.5mLを加えて混和し, 遠沈管にとり毎分3000回転で10分間遠心分離し, 上澄液0.5mLに3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液(セルラーゼ活性試験用)1.5mLを加えよくかき混ぜた後, 水浴中で5分間加熱し, 冷後, 水4 mLを加えて混和し, 検液とする。別にL字型試験管に試料液0.5mLを量り, 水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)0.5mLを加えた後, pH4.5の酢酸緩衝液(0.05mol/L)2 mL及び基質懸濁液2.5mLを加えて混和し, 遠沈管にとり毎分3000回転で10分間遠心分離し, 以下検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長540nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

塩化マグネシウム含有物

定 義 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

含 量 本品は、塩化マグネシウム ($MgCl_2=95.21$) として 12.0~30.0% を含む。

性 状 本品は、無~淡黄色の液体で、苦味がある。

確認試験 (1) 本品に水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 4.8% 以下

本品 0.25 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とする。この液 2.0 mL を量り、検液とする。比較液には、 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を用いる。

(2) 臭化物 Br として 2.5% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 500 mL とする。この液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。更にこの液 2 mL を量り、水 3 mL 、希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び クロラミン T p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 溶液 (1→10,000) 1 mL を加え、直ちに混和し、2分間放置後、 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15 mL を加えて混和した後、水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110°C で4時間乾燥した後、その 2.979 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に $1,000\text{ mL}$ とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に $1,000\text{ mL}$ とする。この液 5 mL を正確に量り、希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び クロラミン T p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 溶液 (1→10,000) 1 mL を加え、直ちに振り混ぜる。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長 590 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

~~(3) 重金属 Pb として $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) 亜鉛 Zn として $70\mu\text{g/g}$ 以下

本品 4.0 g を量り、水を加えて 40 mL とし、試料液とする。試料液 30 mL を量り、酢酸5滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 mL を加えて振り混ぜ、10分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14 mL を量り、試料液 10 mL 及び水を加えて 30 mL とし、酢酸5滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 mL を加えて振り混ぜ、10分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム Ca として 4.0% 以下

定量法のA液 20 mL を正確に量り、水を加えて 100 mL とし、酒石酸 L (+) -酒石酸 溶液 (1

→5) 0.2 mL を加え、更に 2, 2', 2'' -ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10 mL, 水酸化カリウム溶液 (1→10) 10 mL を加え、5 分間放置した後、直ちに 0.01 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g), その消費量を b mL とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$\text{カルシウム (Ca) の量} = \frac{(b \times 0.4008)}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

$$\text{カルシウム (Ca) の量 (\%)} = \frac{b \times 0.4008}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

(6) ナトリウム Na として 4.0% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 mL とする。この液 10 mL を量り、水を加えて 200 mL とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 2.542 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

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

(7) カリウム K として 6.0% 以下

純度試験 (6) の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを 105°C で 2 時間乾燥した後、その 1.907 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

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

(8) ヒ素 As₂O₃ として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

定量法 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、A 液とする。A 液 5 mL を正確に量り、水 50 mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) - アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.01 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴), その消費量 a mL を求める。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験 (5) で得た消費量 b mL を用い、次式により含量を求める。

$$\text{塩化マグネシウム (MgCl}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{(a - 0.25b) \times 3.803}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

ソルビタン脂肪酸エステル
Sorbitan Esters of Fatty Acids

定義 本品は、脂肪酸とソルビタンとのエステルである。

性状 本品は、白～黄褐色の粉末、薄片、粒、ろう状の塊又は液体である。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 5 ~~mL~~ mL を加えて加熱して溶かし、硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を析出する。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) (1) で油滴又は固体を分離した残りの液 2 ~~mL~~ mL を とり量り、新たに調製した カテコール 1, 2-ベンゼンジオール 溶液 (1→10) 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、更に硫酸 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき、液は、紅赤～赤褐色を呈する。

純度試験 (1) 酸価 15 以下 (油脂類試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

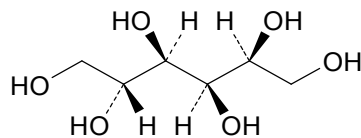
(4) ポリオキシエチレン 本品 1.0 g を量り、~~イソオクタン~~ ジクロロメタン 10 ~~mL~~ mL に溶かし、水 20 ~~mL~~ mL を加え、加温してよく振り混ぜ、冷後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 10 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜた後、放置するとき、必要があれば遠心分離し、観察するとき、イソオクタン ジクロロメタン 層は、青色を呈さない。

強熱残分 1.5% 以下

D-ソルビトール

D-Sorbitol

D-ソルビット



$C_6H_{14}O_6$

分子量 182.17

D-Glucitol [50-70-4]

含量 本品を乾燥したものは、D-ソルビトール ($C_6H_{14}O_6$) 90.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (7→10) 1 ~~mL~~ mL に 硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 試液 2 ~~mL~~ mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、液は、青緑色を呈するが、濁らない。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 1 ~~mL~~ mL に、新たに調製した カテコール 1, 2-ベンゼンジオール 溶液 (1→10) 1 ~~mL~~ mL を加え、よく振り混ぜた後、硫酸 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤色を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 5 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は、30 秒以上持続する紅赤色を呈する。

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 1 µg/g 以下 (4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ニッケル 本品 0.50 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、ジメチルグリオキシム・エタノール (95) 溶液 (1→100) 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は、紅赤色を呈さない。

(4) ヒ素 As_2O_3 として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(5) 還元糖 D-グルコースとして 0.68% 以下

本品 1.0 g を量り、フラスコに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) でろ過し、ろ液は捨てる。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加えて洗浄し、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら先のガラスろ過器でろ過する。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返し、洗液は捨てる。次にフラスコ内の沈殿に直ちに硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 試液 20 mL を加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせる。これを 80°C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 2.0 mL を加えるとき、液の紅赤色は直ちに消えない。

(6) 糖類 D-グルコースとして 4.4% 以下

本品 10 g を量り、水 25 mL を加えて溶かし、塩酸 (1→4) 8 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱し、冷後、メチルオレンジ試液 1 滴を指示薬として水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和する。次に水を加えて 100 mL とし、この液 10 mL を量り、水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸した後、以下純度試験 (5) を準用する。ただし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の量は 13 mL とする。

乾燥減量 3.0% 以下 (0.7 kPa 以下, 80°C, 3 時間)

強熱残分 0.02% 以下 (5 g)

定量法 本品及び定量用 D-ソルビトールを乾燥し、それぞれ約 1 g ずつを精密に量り、水に溶かしてそれぞれ正確に 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ正確に量り、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-ソルビトールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{D-ソルビトール (C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{定量用 D-ソルビトールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5~12 µm 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 4~8 mm, 長さ 20~50 cm のステンレス管

カラム温度 40~85°C の一定温度

移動相 水

流量 0.5~1.0 ~~mL~~ / 分の一定量

D-ソルビトール液

D-Sorbitol Syrup

D-ソルビット液

含量 本品は、D-ソルビトール ($C_6H_{14}O_6=182.17$) 50.0~75.0%を含む。

性状 本品は、無色澄明のシロップ状の液体で、冷時には無色の結晶を析出することがある。本品は、においがなく、甘味がある。

確認試験 「D-ソルビトール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

比重 $d_{25}^{25}=1.285\sim1.315$

純度試験 ~~(1) 比重 $d_{25}^{25}=1.285\sim1.315$~~

~~(2)(1) 遊離酸 「D-ソルビトール」の純度試験(1)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下~~

~~「D-ソルビトール」の純度試験(2)を準用する。~~

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

~~(4)(3) ニッケル 「D-ソルビトール」の純度試験(3)を準用する。~~

(5)(4) ヒ素 As₂O₃として4.03 μ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) 「D-ソルビトール」の純度試験(4)を準用する。

~~(6)(5) 還元糖 D-グルコースとして0.68%以下~~

「D-ソルビトール」の純度試験(5)を準用する。

~~(7)(6) 糖類 D-グルコースとして6.8%以下~~

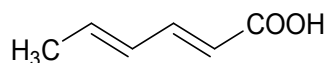
「D-ソルビトール」の純度試験(6)を準用する。ただし、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液の量は20 ~~mL~~ とする。

強熱残分 0.02%以下 ただし、本品約5 gを精密に量り、硫酸2~3滴を加え、穏やかに加熱して煮沸し、点火して燃焼させ、冷後、試験を行う。

定量法 本品約1 gを精密に量り、以下「D-ソルビトール」の定量法を準用する。

ソルビン酸

Sorbic Acid



$C_6H_8O_2$

分子量 112.13

(2E, 4E)-Hexa-2, 4-dienoic acid [110-44-1]

含量 本品を無水物換算したものは、ソルビン酸 ($C_6H_8O_2$) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の針状結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品のアセトン溶液 (1→100) 1 ~~mL~~ に水 1 ~~mL~~ 及び臭素試液 2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品の2-プロパノール溶液(1→400,000)は、波長 252～256nmに極大吸収部がある。

融点 132～135℃

純度試験 (1) ~~融点~~ 132～135℃

~~(2)~~ (1) 溶状 本品0.20gを量り、アセトン5.0mLを加えて溶かした液の色は、比色標準液Cより濃くない。

~~(3)~~ (2) 塩化物 Clとして0.014%以下

本品1.50gを量り、水120mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、水を加えて120mLとし、ろ過し、ろ液40mLを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを用いる。

~~(4)~~ (3) 硫酸塩 SO₄として0.048%以下

~~(3)~~ (2)のろ液40mLを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを用いる。

~~(5) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸1mL及び硝酸0.2mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。これに塩酸(1→4)1mL及び水15mLを加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20)2mLを加え、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(4) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) ヒ素 As₂O₃として4.03μg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

水分 0.50%以下 (~~2.0~~ 2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

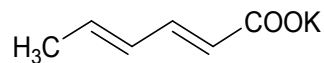
強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約1gを精密に量り、~~中和エタノール~~ エタノール(中和)を加えて溶かし、正確に100mLとし、この液25mLを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬フェノールフタレイン試液2～3滴)。更に、無水物換算を行う。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=11.21mg C₆H₈O₂

ソルビン酸カリウム

Potassium Sorbate



C₆H₇KO₂

分子量 150.22

Monopotassium(2E,4E)-hexa-2,4-dienoate [24634-61-5]

含量 本品を乾燥したものは、ソルビン酸カリウム(C₆H₇KO₂)98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、白～淡黄褐色のりん片状結晶、結晶性の粉末又は粒で、においがい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→100)にアセトン1mLを加え、これに塩酸(1→4)を滴加して弱酸性とした後、臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品0.20gを量り、水5.0mLを加えて溶かした液の色は、比色標準液Fよ

り濃くない。

(2) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、~~紅赤~~色を呈しても、その色は、0.05 mol/L 硫酸 0.40 mL を加えるとき、消える。

(3) 塩化物 Cl として 0.018% 以下

本品 1.0 g を量り、水約 30 mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら硝酸 (1→10) 11 mL を加え、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に硝酸 (1→10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 硫酸塩 SO₄ として 0.038% 以下

本品 0.50 g を量り、水約 30 mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 3 mL を加え、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

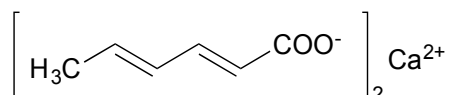
乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 ~~α-ナフトールベンゼイン試液~~ p-ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 15.02 mg C₆H₇KO₂

ソルビン酸カルシウム

Calcium Sorbate



C₁₂H₁₄CaO₄

分子量 262.32

Monocalcium bis[(2E,4E)-hexa-2,4-dienoate] [7492-55-9]

含量 本品を乾燥したものは、ソルビン酸カルシウム (C₁₂H₁₄CaO₄) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白色の微細な結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 2 mL に臭素試液 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品は、カルシウム塩(1)の反応を、本品の水溶液 (1→200) は、カルシウム塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→200) 100 mL に塩酸 (1→4) 15 mL を加えて、生じた沈殿を吸引ろ過し、水でよく洗い、デシケーター (減圧) で 4 時間乾燥するとき、その融点は、132~135°C である。

純度試験 (1) フッ化物 F として 10 µg/g 以下

本品 1.00 g を正確に量り、ビーカーに入れ、水 10 mL を加えてしばらくかき混ぜる。その後、

塩酸（1→20）20~~mL~~mLを徐々に加えて溶かす。この液を加熱し、1分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これに~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→40）10~~mL~~mL及び~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物溶液（1→4）15~~mL~~mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。この液約50~~mL~~mLをポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。~~電位を比較電極及び指示電極は~~フッ素イオン電極を、~~参照電極は銀-塩化銀電極を~~接続した電位差計で~~電位を~~測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ110℃で2時間乾燥したフッ化ナトリウム2.210gを~~正確に~~量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水200~~mL~~mLを加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて1,000~~mL~~mLとし、ポリエチレン製容器に入れ、比較原液とする。使用時に、比較原液5~~mL~~mLを正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて1,000~~mL~~mLとする。この液2~~mL~~mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→40）10~~mL~~mL及び~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物溶液（1→4）15~~mL~~mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は~~水酸化ナトリウム溶液（4→10）~~水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。この液約50~~mL~~mLをポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品1.0gを量り、300mLのケルダールフラスコに入れ、硝酸10mL及び硫酸5mLを加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸2mLを追加して濃厚な白煙が発生するまで加熱する。冷後、塩酸（1→2）10mLを加えて、10分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mLを加える。チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、内容物を200mLの分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを加えて5分間振とうした後、静置する。その後、酢酸ブチル層をとり、検液とする。別に、鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。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 As₂O₃として~~4.0~~3µg/g以下 (0.50g, 第4法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) アルデヒド ホルムアルデヒドとして0.1%以下

本品の水溶液（3→500）を塩酸（1→12）でpH4に調整し、ろ過して、その5~~mL~~mLを正確に量り、検液とする。別に、ホルムアルデヒド液2.5~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000~~mL~~mLとし、この液3~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に500~~mL~~mLとし、その5~~mL~~mLを正確に量り、比較液とする。検液及び比較液にフクシン・亜硫酸水素ナトリウム試液2.5~~mL~~mLずつを加え、15～30分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

乾燥減量 1.0%以下（105℃，3時間）

定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸35~~mL~~mL及び無水酢酸4~~mL~~mLを加え、45～50℃で加熱して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレ

ット・酢酸溶液（1→100）2滴）。終点は、液の青色が緑色になるときとする。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 13.12mg $C_{12}H_{14}CaO_4$